

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV TELEKOMUNIKACÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF TELECOMMUNICATIONS

CHARAKTERIZACE AUTOEMISNÍCH ZDROJŮ PRO ELEKTRONOVOU
MIKROSKOPII

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. MARTIN VAŠÍČEK

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV TELEKOMUNIKACÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF TELECOMMUNICATIONS

CHARAKTERIZACE AUTOEMISNÍCH ZDROJŮ PRO ELEKTRONOVOU MIKROSKOPII

CHARACTERISATION FOR THE COLD FIELD-EMISSION SOURCES INTENDED FOR
ELECTRON MICROSCOPY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

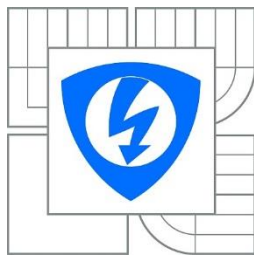
AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. MARTIN VAŠÍČEK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. Ing. LUBOMÍR GRMELA, CSc.

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav telekomunikací

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Telekomunikační a informační technika

Student: Bc. Martin Vašíček

ID: 119663

Ročník: 2

Akademický rok: 2012/2013

NÁZEV TÉMATU:

Charakterizace autoemisních zdrojů pro elektronovou mikroskopii

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

- 1) Proved'te literární rešerši na téma emise elektronů do vakua. Důraz věnujte autoemisi elektronů a tunelovému jevu ze struktur MOS.
- 2) Dále prostudujte technickou realizaci elektronových zdrojů a popište funkci a požadavky na autoemisní elektronový mikroskop pro biologické účely (TEM).
- 3) Na základě prostudované literatury navrhnete metodu pro měření, zpracování a vyhodnocení elektrických charakteristik těchto zdrojů.
- 4) Naměřené hodnoty vyhodnoťte a srovnajte s teoretickými předpoklady.
- 5) Proved'te zhodnocení obou metod a diskutujte výsledky.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

- [1] ECKERTOVÁ, L. a L. FRANK. Metody analýzy povrchů: elektronová mikroskopie a difrakce. 1. ed. Prague: Academia, 1996, 379 p. ISBN 80-200-0329-0.
- [2] DELONG, A. a V. KOLAŘÍK. Field emission gun for microengineering application. Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1989-08-01, vol. 22, iss. 8, p. 612-614. ISSN 0022-3735.
- [3] GOMER, R. Field Emission and Field Ionization, Harvard University Press, 1961, p. 47. Reprinted in 1993 (American Vacuum Society Classic Series, Number 1-56396-124-5)

Termín zadání: 11.2.2013

Termín odevzdání: 29.5.2013

Vedoucí práce: prof. Ing. Lubomír Grmela, CSc.

Konzultanti diplomové práce:

prof. Ing. Kamil Vrba, CSc.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následku porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona c. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku c.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá teoretickými základy emise elektronů do vakua, jednotlivými typy emisí se zaměřením na studenou a Schottkyho emisi a principu tunelového jevu. V další části se práce věnuje technické realizaci elektronových zdrojů s detailním prostudováním metodiky laboratorní výroby katod elektrochemickým leptáním a konstrukcí elektronových mikroskopů, využívajících autoemisních zdrojů. Součástí práce je návrh metody pro měření, zpracování a vyhodnocování elektrických charakteristik emisních zdrojů.

KLÍČOVÁ SLOVA

emise elektronů do vakua, termoemise, autoemise, Schottkyho emise, katoda, tunelový jev, elektronové mikroskopy, TEM, SEM, STM, elektrochemické leptání

ABSTRACT

This work deals with the theoretical foundations of electron emission into vacuum, various types of emissions, focused on the cold-emission and Schottky emission and the principle of quantum tunneling. The next part deals with the technical implementation of electron sources with a detailed study of the methodology of laboratory production of cathodes by electrochemical etching and construction of electron microscopes, using field-emission sources. This work also contains methods for measuring, processing and evaluation of electrical characteristics of emission sources.

KEYWORDS

electron emission into vacuum, thermionic emission, field emission, Schottky emission, cathode, quantum tunnelling, electron microscopes, TEM, SEM, STM, electrochemical etching

VAŠÍČEK, Martin *Charakterizace autoemisních zdrojů pro elektronovou mikroskopii*: diplomová práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav telekomunikací, 2013. 69 s. Vedoucí práce byl prof. Ing. Lubomír Grmela, CSc.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „Charakterizace autoemisních zdrojů pro elektronovou mikroskopii“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

Brno

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu diplomové práce panu prof. Ing. Lubomíru Grmelovi, CSc. za odborné a metodické vedení, rady a připomínky při přípravě a psaní této práce.

Dále chci poděkovat Evgenyi Sergeevovi, MSc za cenné rady a čas strávený při konzultacích.

Brno

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Řešení této diplomové práce bylo realizováno v laboratořích senzorických systémů podpořených z projektu SIX; registrační číslo CZ.1.05/2.1.00/03.0072, operační program Výzkum a vývoj pro inovace.

Brno

.....
(podpis autora)

OBSAH

Úvod	12
1 Emise elektronů do vakua	13
1.1 Historie	13
1.2 Princip emise elektronů do vakua	13
1.3 Technické podmínky emise elektronů do vakua	14
1.4 Typy emisí	16
1.4.1 Termoemise (TFE)	16
1.4.2 Autoemise (CFE)	18
1.4.3 Termoautoemise (T-F)	18
1.4.4 Schottkyho emise (SFE)	19
2 Tunelový jev	20
2.1 Obecný princip tunelového jevu	20
2.2 Praktické aplikace tunelového jevu	22
3 Emisní zdroje	23
3.1 Konstrukce katod	23
3.2 Parametry charakterizující emisní zdroje	24
3.3 Fokusace	27
3.3.1 Fokusace tenkou elektrostatickou čočkou	27
3.3.2 Fokusace tenkou magnetickou čočkou	29
3.4 Wienův filtr	30
3.5 Výroba katod elektrochemickým leptáním	31
3.5.1 Technologie výroby	31
3.5.2 Fyzikální a chemické podmínky	33
3.5.3 Kvalita a odolnost hrotu	33
4 Elektronové mikroskopy	35
4.1 Vývoj elektronových mikroskopů	35
4.2 Principy elektronové mikroskopie	35
4.3 Vady elektromagnetických čoček	36
4.4 Konstrukce a funkce TEM	38
4.5 Konstrukce a funkce SEM	41
4.6 Konstrukce a funkce STM	42

5 Praktická část	44
5.1 Charakteristika emisních katod	44
5.1.1 Termoemisní katody	44
5.1.2 Autoemisní katody	45
5.1.3 Termoautoemisní katody	45
5.1.4 Schottkyho katody	45
5.2 Charakteristika ideálního emisního zdroje	46
5.3 Srovnání vlastností Schottkyho a studenoemisních katod	47
6 Experimentální část	49
6.1 Vakuová aparatura pro měření katod	49
6.2 Výroba studenoemisních katod	51
6.2.1 Výroba katod - část 1	52
6.2.2 Výroba katod - část 2	54
6.3 Vizuální kontrola hrotů	55
6.3.1 Hrot katody bez povrchové úpravy	58
6.3.2 Hrot katody s povrchovou úpravou epoxidem	59
6.4 Výsledky praktické a experimentální části	60
7 Závěr	61
Literatura	63
Seznam symbolů, veličin a zkratk	65
Seznam příloh	68
A Blokové schéma vakuové aparatury	69

SEZNAM OBRÁZKŮ

1.1	Katodová trubice [11].	13
1.2	Brownova trubice [13].	14
1.3	Schéma energie termoemisního procesu bez vlivu elektrického pole [3].	17
1.4	Schéma energie termoemisního procesu při vlivu elektrického pole [3].	17
1.5	Energetické schéma procesu tunelování elektronů [3].	18
1.6	Energetické schéma emise v Schottkyho režimu [3].	19
2.1	Chování elektronů při tunelovém jevu (nahore) a hustota pravděpo- dobnosti de Broglieho vlny (dole).	20
3.1	Nákres termoemisní vlásenkové katody: a) klasická, s ohnutým vlák- nem, b) zahrocená [3].	23
3.2	Nákres katody: a) termoautoemisní katoda s hrotem velkého polo- měru (1 - 10 μm), b) autoemisní katoda s hrotem o malém poloměru (0,05 - 1 μm [3].	23
3.3	Emisní charakteristika trysky: a) termoemisní, b) autoemisní [3]. . . .	25
3.4	Závislost mezi proudem a dosažitelným průřezem svazku pro různé druhy katod [18].	26
3.5	Fokusace elektrostatickou čočkou [3].	28
3.6	Fokusace magnetickou čočkou [3].	29
3.7	Použití Wienova filtru v SEM [3].	30
3.8	Schématické uspořádání experimentálního pracoviště přípravy katod [8].	31
3.9	Nákres základních kroků technologie elektrochemického leptání katod [7].	32
4.1	a) sférická vada, b) regulace sférické vady	37
4.2	a) nezkreslený obraz, b) poduškovitost, c) soudkovitost	37
4.3	a) kolmý směr pod fokusem, b) kolmý směr nad fokusem, c) rozostření rovnoměrné	38
4.4	Zjednodušené schéma optického, TEM a SEM mikroskopu.	39
4.5	Nákres rastrovacího hrotu STM	42
4.6	Povrch grafitu v STM [9].	42
5.1	Přehledové srovnání energiového rozdělení emisních zdrojů.	44
5.2	Hrot Schottkyho katody potažený epoxidovou vrstvou.	48
5.3	Detail povrchu na přechodu kov-epoxid.	48
6.1	Popis součástí vakuové aparatury.	49
6.2	Schéma aparatury pro testování a měření katod.	50
6.3	Aparatura pro elektrochemické leptání hrotů.	51
6.4	Průběh leptacího proudu první fáze.	52

6.5	Průběh leptacího proudu druhé fáze.	52
6.6	Grafická závislost katodového proudu na čase.	53
6.7	Deformace hrotu napětovou extrakcí.	53
6.8	Snímek deformovaného hrotu po pádu na zem.	53
6.9	Průběh leptacího proudu první fáze katod E a G.	54
6.10	Průběh leptacího proudu druhé fáze katod E a G.	55
6.11	Hrot katody B v držáku.	55
6.12	Detail hrotu téže katody.	55
6.13	Hrot katody F.	56
6.14	Detail rozštěpeného hrotu.	56
6.15	Katoda C zničená výbojem.	56
6.16	Zobrazení emitovaného svazku na stínítku vakuové aparatury.	57
6.17	Hrot katody E.	58
6.18	Detail hrotu s nečistotami.	58
6.19	Detailní snímek povrchu katody E.	58
6.20	Katoda H potažená epoxidem.	59
6.21	Detailní snímek epoxidového povrchu katody G.	59
6.22	Poloměr zakřivení hrotu katody G, při zvětšení $100\,000\times$	60

SEZNAM TABULEK

3.1	Požadavky na vakuum.	27
4.1	Srovnání rozlišovací schopnosti a užitečného zvětšení.	36
6.1	Přehledová tabulka vlastností vyrobených katod A až H.	57

ÚVOD

Lidská zvědavost a bádání směřují nejen do okolního viditelného světa, ale i do vzdáleného vesmíru a mikrosvěta. To, co můžeme spatřit pouhým okem, je jen zlomkem toho, co nám umožňují různá pozorovací technická zařízení od dalekohledů až po nejmodernější elektronové mikroskopy.

První tajemství mikrosvěta začaly odhalovat mikroskopy zkonstruované na základě optických čoček s využitím vlnové délky ve viditelné oblasti spektra. Jestliže objev a konstrukce prvních zvětšovacích optických systémů byl mnohdy spíše dílem náhody, vývoj mikroskopů nové generace je již systematickou aplikací vědeckých poznatků různých vědních oborů. V okamžiku, kdy světelná mikroskopie dosáhla svého maxima v poskytování informací o pozorovaných objektech a současně bylo třeba ověřit různé vědecké hypotézy, či praktické poznatky, byl směr dalšího vývoje orientován do oblasti spektra jiných vlnových délek než má viditelné světlo a v této oblasti hrají nezastupitelnou roli elektrony.

Cílem této diplomové práce je získání a utřídění teoretických znalostí o různých typech emise elektronů do vakua s důrazem na vysvětlení funkce studené a Shottkyho emise. Oba tyto procesy mají základ v tunelovém jevu a mají praktické uplatnění v elektronové mikroskopii s nízkými energiemi. Souvisejícím tématem je prostudování funkce a technické realizace průmyslově vyráběných emisních zdrojů a laboratorní přípravy autoemisních katod metodou elektrochemického leptání.

Studium vlastností autoemisních katod se na první pohled jeví jako velmi specializované téma, nicméně jejich široké praktické použití zasahuje snad do všech oblastí lidské činnosti, což je také hlavním motivem pro jejich neustálé zdokonaňování. Vlastní elektronová mikroskopie posunula zobrazování do submikronové oblasti a dnešní moderní elektronové mikroskopy úspěšně atakují rozlišení v jednotkách atomárních vzdáleností (desetiny nm). Na fakt, že nanosvět je stále neprozkoumanou oblastí, upozornil významný světový fyzik, nositel Nobelovy ceny za kvantovou fyziku z roku 1965 Richard Feynman svým výrokem „tam dole je stále dost místa pro výzkum“. Na tyto teoretické podklady navazuje návrh metody pro měření, zpracování a vyhodnocování elektrických charakteristik těchto emisních zdrojů na experimentálním pracovišti.

1 EMISE ELEKTRONŮ DO VAKUA

1.1 Historie

Ve 2. polovině 19. století probíhaly četné vědecké pokusy s katodovými trubicemi viz obr. 1.1, které vedly k převratným objevům ve fyzice a promítly se i do dalších vědeckých oborů a praktického života, jako např. objev rentgenového záření (paprsků X) C.W. Roentgenem, výzkum manželů Curieových, který vedl k objevu radioaktivity, či H. Becquerela, jenž se věnoval výzkumu v oblasti radioaktivity a luminiscence.



Obr. 1.1: Katodová trubice [11].

Skutečnost, že katodové záření je tvořeno proudem záporně nabitých částic, pojmenovaných jako elektrony, byla objevem jejich současníka, britského fyzika Josepha Johna Thomsona z roku 1897. Dalším, zcela zásadním přínosem byl objev Louise de Broglieho, publikovaný v roce 1925, že rychle letící částice mají nejen korpuskulární, ale i vlnovou charakteristiku – např. viditelné světlo. Tuto vlastnost potvrdil i objev elektronové difrakce (ohybu), což je jev, při kterém se vlnění dostává do oblasti geometrického stínu. Prochází-li světlo o určité vlnové délce štěrbinou, která má šířku srovnatelnou s jeho vlnovou délkou, můžeme na stínítku za štěrbinou pozorovat difrakční obrazce, jevící se jako světlé a tmavé proužky různé šířky a to v optickém stínu. Tento fakt je způsoben konstruktivní a destruktivní interferencí. Zcela zásadní jsou i fyzikální a chemické podmínky, při kterých k emisi elektronů do vakua dochází.

1.2 Princip emise elektronů do vakua

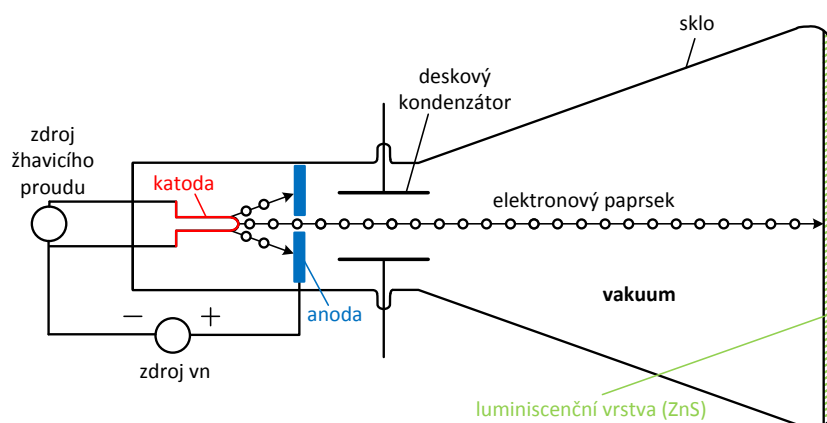
Elektron je záporně nabitá částice o velikosti 10^{-15} m, hmotnosti $9,109 \times 10^{-31}$ kg a velikosti náboje $1,602 \times 10^{-19}$ C. Elektrony jsou součástí elektronového obalu atomů

všech prvků. Vhodným materiálem pro získání elektronů jsou kovy, jejichž elektrony ve valenční vrstvě jsou vázány slabými vazebnými silami. Pokud počet elektronů odpovídá počtu protonů v jádře, jedná se o elektricky neutrální částici, pokud dojde k přidání nebo odtržení elektronů, vznikají záporné nebo kladné ionty a soustava se dostává do tzv. excitovaného stavu. Elektronový obal má rozhodující vliv na chemické vlastnosti atomu i na charakteristické zářivé vlastnosti (vyzařované i absorpční spektrum).

Princip emise elektronů do vakua spočívá v tom, že dodáme elektronům dostatečnou energii, aby mohly překonat přirozenou energetickou bariéru, která jim brání v úniku z elektronového obalu atomu. Pokud tuto bariéru překonají, dochází k jejich emisi. Úniková energie elektronu se označuje jako výstupní práce φ . Jedná se o nejmenší možný energetický stav, kdy elektron vystoupí z látky s limitně nulovou kinetickou energií. Dodáním energie se soustava dostává ze základního stavu do stavu excitovaného, kdy elektron přechází ze stávající energetické hladiny na vyšší energetickou hladinu. Tento stav je nestabilní a soustava se snaží opět zaujmout stav s co nejnižší energií. Na uvolněné místo přechází elektron z vyšší energetické hladiny a současně dochází k uvolnění fotonu nebo fononu, jehož energie odpovídá rozdílu energetických hladin, mezi kterými dochází k přechodu.

1.3 Technické podmínky emise elektronů do vakua

Zdrojem elektronů je záporně nabitá katoda (emitor) – např. rozžhavené kovové vlákno, které čím více je rozžhaveno, tím více elektronů emituje. Elektrony jsou přitahovány kladně nabitou anodou, což je kovová destička s otvorem (aperturou) různé velikosti uprostřed viz obr. 1.2.



Obr. 1.2: Brownova trubice [13].

K celému procesu musí docházet v prostředí vakua – např. ve skleněné trubici, z níž je odčerpán vzduch, aby nedocházelo k nežádoucím interakcím emitovaných elektronů s molekulami plynů a pevnými částicemi a nežádoucím výbojům v prostředí vysokého napětí, které by vedly ke zničení katody nebo při nejmenším ke zhoršení kvality emitovaného svazku [13].

Čím je elektrické napětí mezi katodou a anodou vyšší, tím větší rychlosti emitované elektrony dosahují. Elektrony, které projdou otvorem v anodě, představují svazek elektronových paprsků, jehož směr můžeme měnit například působením deskových kondenzátorů nebo magnetických čoček.

K vizualizaci elektronů, které jsou, jak již bylo výše uvedeno, mimo viditelnou část spektra, využíváme jevu zvaného luminiscence. Je to proces, při němž záření o kratší vlnové délce vyvolává ve speciálních chemických látkách (luminoforech – např. sirnících zinku nebo kadmia) vznik záření o delší vlnové délce z viditelné části spektra. Při dopadu svazku elektronů na luminiscenční vrstvu viz obr. 1.1 a 1.2, dojde k excitaci atomů luminoforu, a při následném návratu atomů luminoforu do základního stavu dojde k vyzáření fotonů. Při emisi nebo absorpci světla atomem se nepředává energie spojitě, ale diskrétně, tedy po malých dílech energie – tzv. kvantech. Od roku 1926 se toto kvantum nazývá foton. Má-li světelná vlna frekvenci f_r , pak je podle Einsteinovy hypotézy energie E_f předaná jedním fotonem rovna

$$E_f = hf_r, \quad (1.1)$$

kde h je Planckova konstanta, která má hodnotu $h = 6,63 \times 10^{-34}$ J·s což odpovídá $4,14 \times 10^{-15}$ eV·s [12]. Jestliže je frekvence dopadajícího záření nižší než prahová frekvence f_0 , jev nenastane. Existence jevu je zcela nezávislá na intenzitě dopadajícího záření. Tento rozpor nelze vysvětlit zákonitostmi klasické fyziky, je nutno použít předpokladu z oblasti kvantové fyziky, že při interakci světla s hmotou předávají fotony nejen energii, ale i hybnost. Stejně jako energie se i hybnost předává po diskrétních kvantech a v jednotlivých bodech, místo rozměrnějších oblastí prostoru. Velikost hybnosti fotonu p ($\text{kg} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) spojeného s vlnou o frekvenci f_r je vyjádřen vztahem [1]

$$p = \frac{hf_r}{c} = \frac{h}{\lambda}. \quad (1.2)$$

Pokud energie předaná elektronu přesahuje hodnotu výstupní práce materiálu tzn. ($hf_r > \varphi$), může se elektron uvolnit z povrchu. Pokud je předaná energie nižší než hodnota výstupní práce ($hf_r < \varphi$), elektrony uniknout nemohou. Vyjádřením zákona zachování energie pro jednotlivé interakce mezi fotonem o frekvenci f_r a elektronem o výstupní práci φ je Einsteinova rovnice

$$E_k = hf_r - \varphi, \quad (1.3)$$

kde E_k je kinetická energie elektronu. Zbývající energie $hf_r - \varphi$, kterou elektron může získat při interakci, se projeví jako jeho kinetická energie [1].

Rozdílné fyzikální a chemické podmínky emise vedou ke vzniku několika základních typů emisí, jejichž názvosloví je v české i zahraniční literatuře značně nejednotné.

1.4 Typy emisí

Typy emisí jsou závislé na tom, jakou energii k emisi elektronům dodáme. Jedná se o jev vyvolaný vzájemným působením teploty a elektrického pole. Zavedením vhodných aproximací docházíme ke třem základním rovnicím pro výpočet proudové hustoty elektronů emitovaných z povrchu katody – k rovnici Richardsonově-Duschmanově pro čistě termoemisní oblast, k rovnici Richardsonově-Schottkyho pro přechodovou oblast zahrnující vliv slabého elektrického pole na povrchu katody a konečně k rovnici Fowlerově-Nordheimově popisující oblast čistě autoemisní, kdy je emise vyvolána pouze působením elektrického pole [4].

1.4.1 Termoemise (TFE)

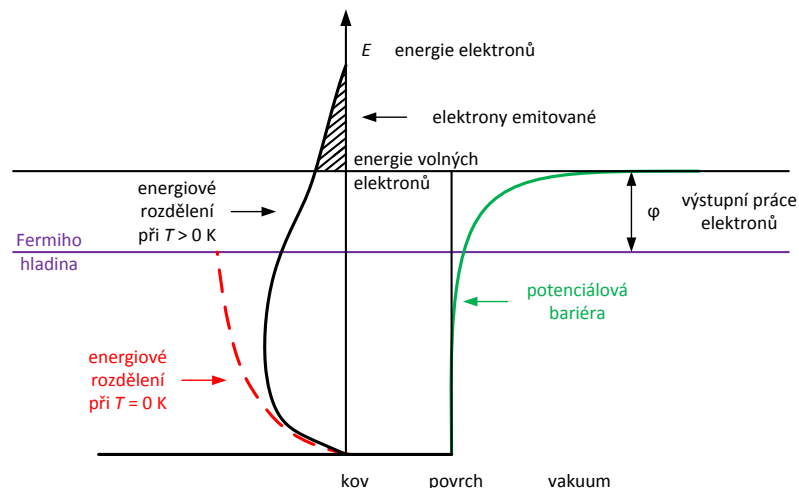
Termoemisní jev je založen na tepelné excitaci elektronů v pevné látce. Ideálním stavem je termoemise z povrchu čistého kovu. Při termoemisi není uvažováno žádné, nebo jen velmi slabé elektrické pole. Do vakua tedy emitují pouze elektrony ve stavech s energií vyšší než je výstupní práce a potenciálová bariéra není nijak deformovaná, viz obr. 1.3.

Richardsonova-Duschmanova rovnice pro hustotu termoemisního proudu

$$j_T = AT^2 e^{-\frac{\varphi}{kT}}, \quad (1.4)$$

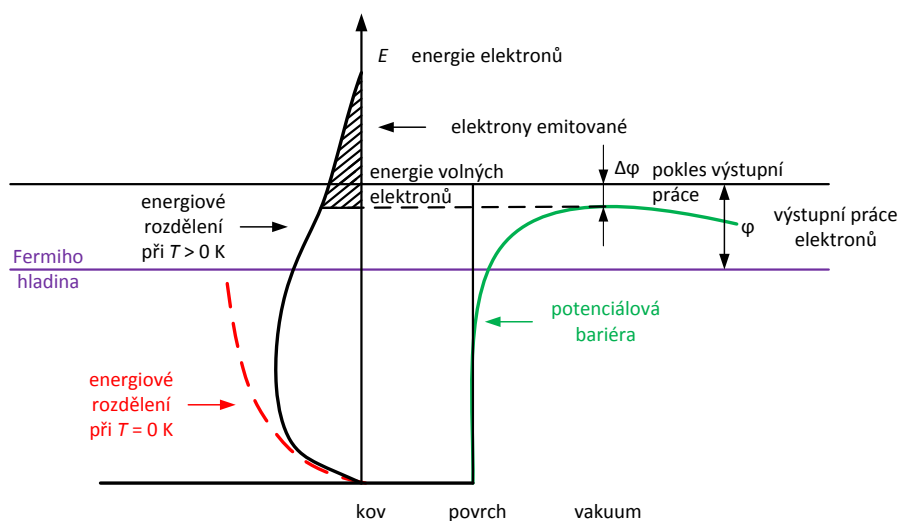
kde A je materiálová konstanta katody, T teplota katody v Kelvinech, φ výstupní práce elektronů v eV a k je Boltzmannova konstanta (pro wolfram $A = 6.10^{-5} \text{ A.m}^{-2}$, $\varphi = 4,5 \text{ eV}$), byla odvozena aplikací klasické statistické mechaniky na soubor volných (vodivostních) elektronů v kovech. Richardsonova rovnice dobře popisuje termoemisní systém v podmínkách termodynamické rovnováhy. Při termoemisním procesu jsou emitovány z povrchu katody do vakua pouze ty elektrony, jejichž energie v důsledku tepelného působení vzrostla na energetickou úroveň volných elektronů ve vakuu. Elektrony s touto energií mohou opustit potenciálovou jámu emitoru. Emitované elektrony jsou pak odsávány elektrickým polem a postupně urychlovány na pracovní energii [3].

Zvýšíme-li elektrické pole na povrchu emitoru např. zaostřením emisní vlásenky, pozorujeme vzrůst emisního proudu pro danou hodnotu teploty. Tento jev je vyvolán



Obr. 1.3: Schéma energie termoemisního procesu bez vlivu elektrického pole [3].

deformací vrcholu potenciálové bariéry. Efektivně se projeví tato deformace snížením výstupní práce φ viz obr. 1.4.



Obr. 1.4: Schéma energie termoemisního procesu při vlivu elektrického pole [3].

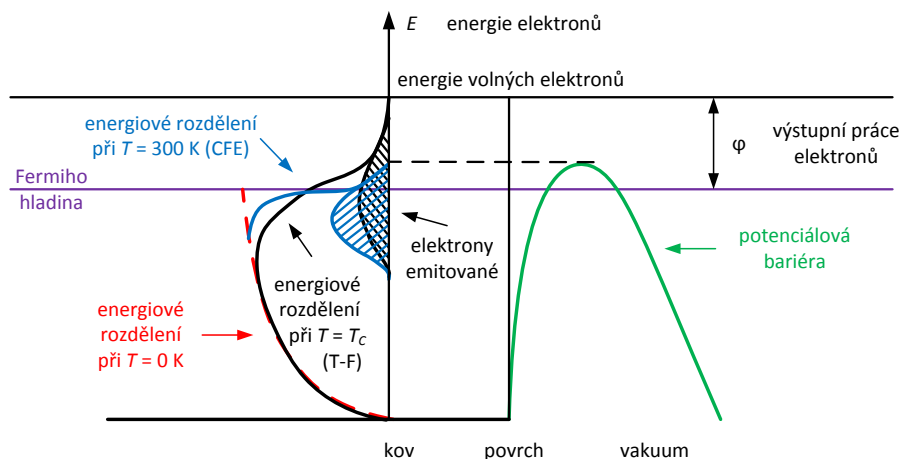
Schottky teoreticky vysvětlil popsáný jev a zavedl korekci rovnice hustoty termoemisního proudu na přítomnost elektrického pole

$$j_{TS} = j_T e^{-\frac{\Delta\varphi}{kT}}, \quad (1.5)$$

kde j_T je termoemisní proud vypočtený bez vlivu elektrického pole a $\Delta\varphi$ je pokles výstupní práce působením elektrického pole.

1.4.2 Autoemise (CFE)

Označována také jako studená emise (cold-field emission). Zvyšujeme-li velikost elektrického pole do maximální hodnoty ($E < 10^8 \text{ V} \cdot \text{m}^{-1}$) dochází z povrchu katody k emisi elektronů do vakua i při teplotách pokojových, kdy je pravděpodobnost obsazení hladin energie nad vrcholem potenciálové bariéry nulová. Tento proces nelze vysvětlit prostředky klasické fyziky. Elektrony do vakua pronikají „tunelováním“ (blíže viz kapitola 2) potenciálovou bariérou zúženou působením silného elektrického pole. Tento proces nazýváme autoemisí elektronů viz obr. 1.5, křivka CFE [3].



Obr. 1.5: Energetické schéma procesu tunelování elektronů [3].

Proudovou hustotu autoemise vypočteme z rovnice Fowlerovy-Nordheimovy

$$j_F = \frac{k_1 E^2}{\varphi} e^{-\frac{(k_2 \varphi^{\frac{3}{2}})}{E}}, \quad (1.6)$$

kde E je intenzita pole na povrchu katody ($\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$) a k_1 , k_2 jsou konstanty.

1.4.3 Termoautoemise (T-F)

Tento typ emise nazýváme termoautoemisním (thermo-field emission) viz obr. 1.5, křivka T-F.

V přechodové oblasti mezi čistou autoemisí a termoemisí dochází k vzájemnému prolínání obou mechanismů a příslušné rovnice platí po zavedení korekčních členů, přičemž u autoemise bereme v úvahu teplotní stimulaci autoemise a u termoemise naopak počítáme se stimulací termoemise elektrickým polem. Autoemise elektronů je při nižších teplotách na teplotě málo závislá. Při teplotách vyšších, kdy excitované elektrony obsadí i hladiny energie pod vrcholem potenciálové bariéry, dochází

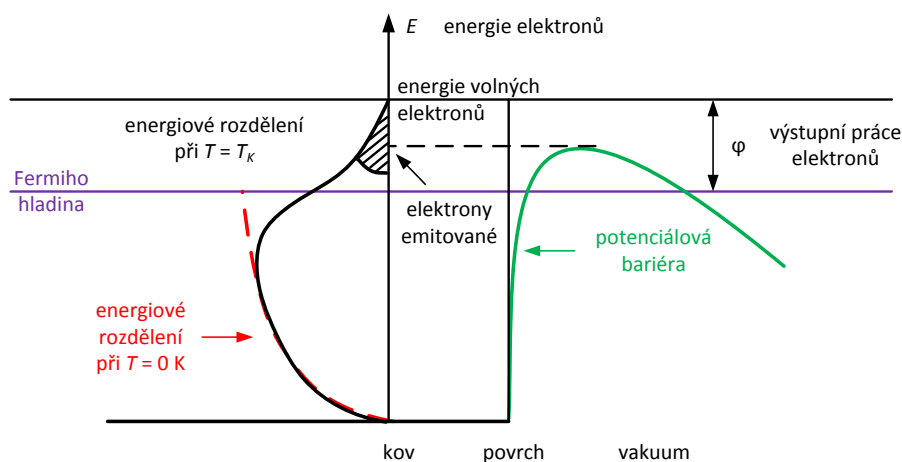
ke zvýšení proudové hustoty emise. Fowlerova-Nordheimova rovnice rozšířená o teplotní člen má tvar

$$j_{TF} = j_F \frac{\frac{\pi T}{T_c}}{\sin \frac{\pi T}{T_c}}, \quad (1.7)$$

kde konstanta T_c je teplota, při které se maximum rozdělení energie elektronů v emitoru přesune na hodnotu $E_c = E_F + 2kT_c$, kde E_F je Fermiho energie [3].

1.4.4 Schottkyho emise (SFE)

Volbou vyšší teploty a nižší intenzity pole na povrchu katody můžeme nastavit specifické podmínky, při kterých převažuje emise Schottkyho viz obr. 1.6.



Obr. 1.6: Energetické schéma emise v Schottkyho režimu [3].

Je-li potenciálová bariéra ještě dosti široká, ale snížení výstupní práce již značné, pak mohou být v jistém teplotním rozmezí emitovány pouze elektrony z nejbližšího okolí vrcholu potenciálové bariéry. Rovnice pro proudovou hustotu Schottkyho emise je odvozená za předpokladu, že část emitovaných elektronů je emitována klasickým mechanismem termoemisním a část tunelováním vrcholovou částí potenciálové bariéry, a má tvar

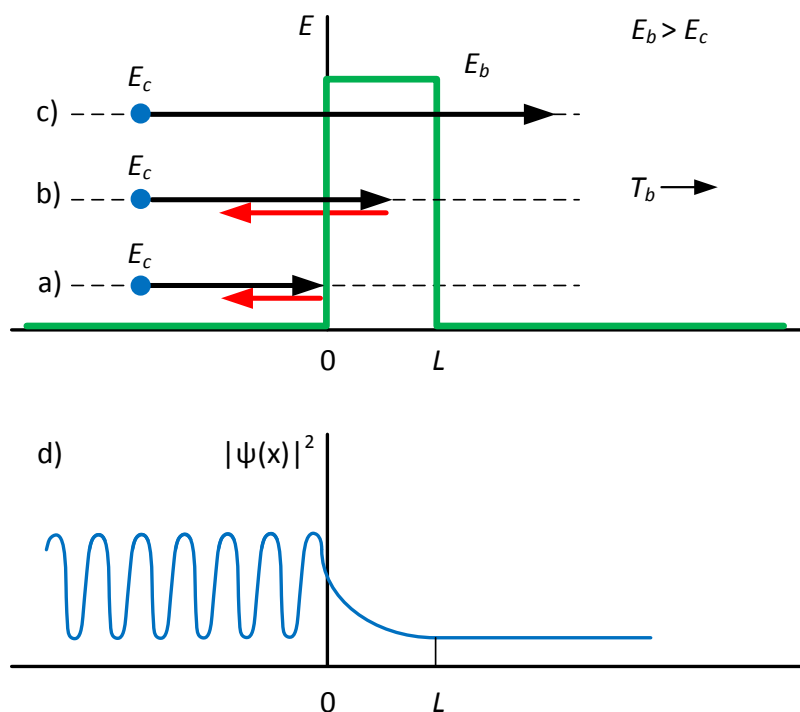
$$j_S = j_{TS} \frac{\frac{\pi T_k}{2T}}{\sin \frac{\pi T_k}{2T}}, \quad (1.8)$$

kde T_k je teplota, pro kterou je maximum normálního rozdělení energie elektronů právě v místě vrcholu potenciálové bariéry. Jde tedy o typ emise, na jehož mechanismu se podílí zhruba stejným dílem vliv teploty i elektrického pole viz obr. 1.6 [3]. Schottkyho a autoemisní zdroje vynikají ve srovnání s termoemisními zdroji velikostí, jasem, životností i cenou. Oba typy jsou levnější, až $1000\times$ menší a $100\times$ jasnější než termoemisní zdroje [7].

2 TUNELOVÝ JEV

2.1 Obecný princip tunelového jevu

Jak již bylo naznačeno v kapitole 1.4.2, tunelový jev nelze vysvětlit zákonitostmi klasické mechaniky. V situaci, viz obr. 2.1 a, kdy se elektron s energií částice E_c blíží k potenciálové bariéře jejíž energie je E_b , přičemž E_b je větší než E_c , je dle klasického předpokladu k překonání bariéry nutné, aby elektron měl energii minimálně E_b . Elektrony s energií E_c se od bariéry odrazí zpět a do prostoru za potenciálovou bariéru o šířce L se žádná částice nedostane.



Obr. 2.1: Chování elektronů při tunelovém jevu (nahore) a hustota pravděpodobnosti de Broglieho vlny (dole).

V kvantové interpretaci existuje nenulová pravděpodobnost nalezení částice s energií E_c i za potenciálovou bariérou. Částice se na druhou stranu bariéry dostala, přestože její energie je nižší, než je energie nutná na překonání potenciálové bariéry E_b – částice se na druhou stranu bariéry „protunelovala“ viz obr. 2.1 c.

Pro názornější vysvětlení tunelového jevu je možné si představit, že částice dokáže svoji energii nějakým způsobem měnit, třebaže vždy jen na velmi krátkou

dobu [17]. K tomuto tvrzení nám dává oprávnění 2. Heisenbergova relace neurčitosti: energie částice může uvnitř hranic stanovených touto relací spontánně přeskakovat z jedné hodnoty na druhou. Částice si může dodatečnou energii (nutnou na protunelování potenciálovou bariérou) na příslušnou pevně stanovenou dobu „vypůjčit“. V souladu s relací neurčitosti platí, že čím kratší je doba návratnosti takové půjčky, tím větší je její povolený rozsah. V rámci relace neurčitosti tedy nemusí platit zákon zachování energie. Energie byla tedy částici „půjčena“ za velmi přísných podmínek. Pokud se částice nedokáže dostat na druhou stranu bariéry dříve, než doba „vypůjčení“ energie uplyne, bude se muset vrátit zpátky viz obr. 2.1 b. Takové částice se od bariéry, do které stihly proniknout jen zčásti, opět pouze odrazí. Proces „půjčování“ energie je navíc velmi nahodilý, takže při interpretaci tunelového jevu je nutné používat statistiku a pravděpodobnost [17]. Z tohoto důvodu je třeba definovat koeficient průchodu T_b pro vlnu dopadající na bariéru, který určuje pravděpodobnost, že dopadající elektron projde bariérou, tedy pravděpodobnost, že se tunelování uskuteční. Například pro $T_b = 0,02$ z každých 1000 elektronů vystřelených do bariéry se jich průměrně 20 protuneluje a 980 se odrazí. Koeficient průchodu T_b bariérou výšky E_b je přibližně:

$$T_b \approx e^{-2\kappa L}, \quad (2.1)$$

kde

$$\kappa = \sqrt{\frac{2m(E_b - E_c)}{\hbar^2}}. \quad (2.2)$$

Závislost T_b v rovnici 2.1 je exponenciální, a proto je T_b velice citlivá na hodnotu všech tří proměnných, na kterých závisí: na hmotnosti částice m , šířce bariéry L a rozdílu energie $E_b - E_c$ [9].

Vlnová funkce $\psi(x)$, která popisuje elektron, se najde řešením Schrödingerovy rovnice

$$\frac{d^2\psi}{dx^2} + \frac{2m}{\hbar^2} [E_c - E_b(x)]\psi = 0, \quad (2.3)$$

samostatně pro tři oblasti znázorněné na obr. 2.1, tedy před bariérou, uvnitř bariéry a za bariérou. Konstanty, které se v řešení objevují, určíme tak, aby funkce $\psi(x)$ byla hladká (tzn. spojitá i se svou derivací) i v bodech $x = 0$ a $x = L$.

Čtverec absolutní hodnoty $\psi(x)$ pak udává hustotu pravděpodobnosti viz obr. 2.1 d. Oscilující křivka před bariérou (pro $x < 0$) je kombinací dopadající a odražené de Broglieho vlny. Odražená vlna má menší amplitudu než dopadající vlna a interferencí se vytvoří stojatá vlna. Uvnitř bariéry (pro $0 < x < L$) klesá hustota pravděpodobnosti exponenciálně v závislosti na x . Předpokládáme-li, že L je malé,

není hustota pravděpodobnosti v $x = L$ zanedbatelná. Za bariérou (pro $x > L$) popisuje hustota pravděpodobnosti prošlou vlnu s malou, ale konstantní amplitudou [9].

Obecně platí, že čím je potenciálová bariéra širší, tím méně jsou částice při jejím „protunelování“ úspěšné [17].

Tímto způsobem může docházet v elektrickém poli k emisi elektronů z kovů, přestože energie elektronů je nižší než příslušná výstupní práce.

2.2 Praktické aplikace tunelového jevu

Na tunelovém jevu je založena činnost řady polovodičových prvků, například tunelová (Esakiho) dioda, ve které můžeme velmi rychle (do 5 ps) zapnout a vypnout proud tunelujících elektronů tím, že změním výšku potenciálové bariéry, a proto tunelovou diodu můžeme použít tam, kde vyžadujeme velmi rychlou odezvu. Dále jsou to různé typy tranzistorů, rychlý kvantový přepínač, či rastrovací tunelový mikroskop (STM), který dovoluje podrobné zobrazení povrchů i detailů atomových rozměrů studovaného povrchu [9]. Princip a konstrukce STM viz kapitola 4.6.

3 EMISNÍ ZDROJE

3.1 Konstrukce katod

Jen málo materiálů splňuje většinu potřebných podmínek pro konstrukci katod:

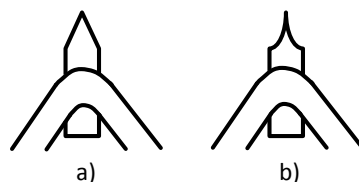
- vysoký bod tání,
- mechanická pevnost,
- nízká výstupní práce,
- malá chemická afinita.

Jedním z nejvhodnějších materiálů je wolfram, který nesplňuje pouze podmínku nízké výstupní práce elektronů, neboť jeho hodnota výstupní práce $\varphi = 4,5 \text{ eV}$ [5]. Snížení hodnoty výstupní práce elektronů lze však do jisté míry dosáhnout prostřednictvím chemické aktivace a volbou krystalografické orientace použitého materiálu [3]. Ke komerčnímu použití se nejčastěji používají následující typy přímo žhavených katod vlásenkových viz obr. 3.1 nebo katod hrotových viz obr. 3.2:



Obr. 3.1: Nákres termoemisní vlásenkové katody: a) klasická, s ohnutým vláknem, b) zahrocená [3].

Ve výše uvedených případech je tedy emitorem přímo žhavené vlákno z polykryсталického wolframu.



Obr. 3.2: Nákres katody: a) termoautoemisní katoda s hrotem velkého poloměru ($1 - 10 \mu\text{m}$), b) autoemisní katoda s hrotem o malém poloměru ($0,05 - 1 \mu\text{m}$) [3].

Konstrukčně odlišné hrotové katody jsou vhodné pro všechny typy emise stimulované elektrickým polem, tedy autoemisi, termoautoemisi i Schottkyho emisi.

Na nosnou žhavicí vlásenku je obvykle bodovým svárem upevněn hrot buď z polykrystalického wolframu – ten je vhodný pro termoemisi, nebo tzv. orientované vlákno z wolframu v krystalografické orientaci $W \langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 310 \rangle$, vhodného pro autoemisi, či specifický materiál hrotu ze sintrovaného (slinutého, spékaného) monokrystalického nebo polykrystalického hexaboritu lanthanu (LaB_6), jenž sice není kvůli nízké mechanické pevnosti vhodný pro konstrukci nosné části katody [6], velmi cenná je však jeho nízká hodnota výstupní práce – uváděné hodnoty se v různých odborných textech rozcházejí, a pohybují se v rozmezí cca (2,2 – 2,6 eV) [3, 18].

Katody pro různé typy emisí se liší pouze velikostí poloměru zakřivení hrotu katody. Pro další zvyšování rozlišovací schopnosti je zapotřebí dále zlepšovat geometrický tvar hrotu, snižovat velikost koncového průměru hrotu katody, zvyšovat chemickou čistotu kovu a především odstranit z povrchu kovu nečistoty, které lokálně nežádoucím způsobem mění (zvyšují) výstupní práci, čímž způsobují nehomogenitu elektrického pole a zvyšují počet proudových fluktuací emisního proudu. Experimentálně ověřená ochrana povrchu hrotu katody pomocí teplem vytvrzené tenké epoxidové vrstvy potvrdila, že epoxidová vrstva chrání před zpětně přitahovanými zbytkovými ionty, které bombardují povrch katody, tím se příznivě snižují proudové fluktuace, které jsou způsobeny povrchovou adsorpcí a desorpcí [7].

Současné komerční požadavky však vedou i k výzkumu a výrobě plošných Schottkyho katod. Plošná Schottkyho katoda pracuje na zcela totožném principu jako bodová Schottkyho katoda. Jediným rozdílem je tvar a velikost jejího hrotu. Ten má u plošné Schottkyho katody průměr v rozmezí 10 až 100 μm , tedy o jeden až dva řády více než u bodové Schottkyho katody. Takto velký hrot se získává, na rozdíl od hrotů bodových Schottkyho katod, mechanickou cestou. Konstruktivní uspořádání plošné Schottkyho katody je potom zcela totožné jako u bodové Schottkyho katody [18].

3.2 Parametry charakterizující emisní zdroje

Proudová hustota

$$J = \frac{I}{S} \quad (\text{A} \cdot \text{m}^{-2}), \quad (3.1)$$

kde I je celkový proud a S je emitující plocha.

Proud do jednotkového prostorového úhlu

$$\omega = \frac{I}{\pi \cdot \alpha^2} \quad (\text{A} \cdot \text{sr}^{-1}), \quad (3.2)$$

kde α je aperturní úhel, jde tedy o proudovou hustotu vztaženou na jednotkový prostorový úhel.

Směrová proudová hustota

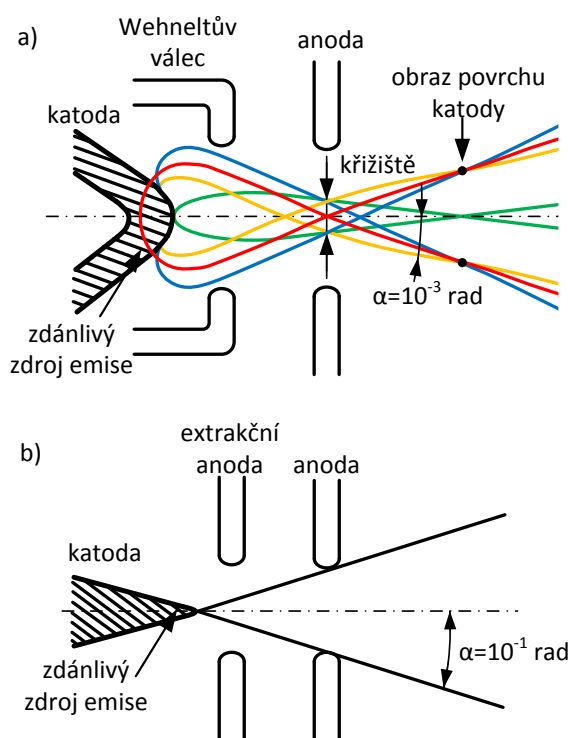
$$\beta = \frac{I}{S \cdot \pi \cdot \alpha^2} \quad (A \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}). \quad (3.3)$$

Čím menší je poloměr zakřivení hrotu katody, tzn. že emisní plocha hrotu katody se zmenšuje, tím více roste směrová proudová hustota od katod termoemisních, ke katodám autoemisním [3].

Výstupní práce monokrystalického wolframu v orientaci $\langle 100 \rangle$ je 4,6 eV, v orientaci $\langle 111 \rangle$ je 4,5 eV a v orientaci $\langle 310 \rangle$ je 4,2 eV. Wolfram aktivovaný oxidem zirkoničitým (ZrO_2) adsorbovaným na povrchu katody, má hodnotu výstupní práce pouze 2,4 eV.

Velikost zdánlivého zdroje a vyzařovací charakteristika

Elektrony z povrchu termoemisní katody jsou v důsledku svých velikých tangenciálních složek rychlostí a malého gradientu potenciálu na povrchu katody zdánlivě emitovány ze zdroje o velikosti řádově desítek nm, na rozdíl od katod autoemisních, s typickým rozměrem zdánlivého zdroje řádově jednotek nm. Typický vyzařovací úhel termoemisního zdroje je 10^{-3} rad, autoemisního pak 10^{-1} rad viz obr. 3.3.



Obr. 3.3: Emisní charakteristika trysky: a) termoemisní, b) autoemisní [3].

Rozměr zdánlivého zdroje elektronů autoemisních katod roste mírně s teplotou a zhruba lineárně s poloměrem emitujících hrotů. Rozdělení energií elektronů

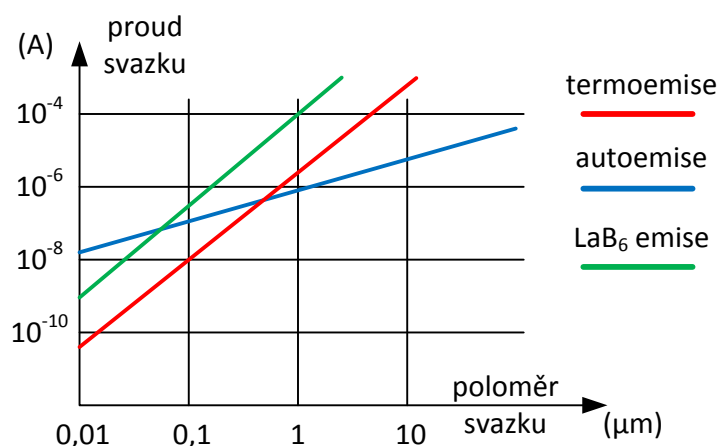
z termoemisních katod pro nižší proudy ve svazku (pod $1\text{ }\mu\text{A}$) lze považovat za Maxwellovo. Pro jeho střední šířku platí:

$$\Delta E = 2,45 \frac{T}{11600} \quad (\text{eV}), \quad (3.4)$$

kde $\Delta E = 0,58\text{ eV}$ (pro 2760 K). ΔE roste v důsledku elektrostatické interakce mezi elektrony s celkovým proudem ve svazku. Pro $10\text{ }\mu\text{A}$ je již $\Delta E = 1\text{ eV}$ a jeho rozdělení se blíží ke Gaussovu [3].

Rozdělení energie u zdrojů autoemisních má tvar závislý na velikosti aplikovaného elektrického pole a teplotě. Jeho střední šířka je při pokojové teplotě okolo $0,2\text{ V}$ a při teplotě 1800 K až $0,5\text{ V}$. Tato hodnota rovněž roste v závislosti na proudu odebíraném z katody. Celkové emisní proudy odebírané z termoemisních katod dosahují hodnoty až $400\text{ }\mu\text{A}$, pro autoemisní zdroje pracující za pokojové teploty pak pouze $20\text{ }\mu\text{A}$ a zdroje termoautoemisního typu až $200\text{ }\mu\text{A}$. Katody LaB_6 dodají 100 až $300\text{ }\mu\text{A}$ proudu [3].

Termoemisní zdroje jsou tedy vhodnější pro soustavy pracující s větším rozměrem svazku (nad $0,1\text{ }\mu\text{m}$) a velkými celkovými proudy. Vysoké hodnoty směrové proudové hustoty zdrojů autoemisních naopak umožňují získat vyšší proudové hustoty ve svazcích podmikrometrových rozměrů viz obr. 3.4.



Obr. 3.4: Závislost mezi proudem a dosažitelným průřezem svazku pro různé druhy katod [18].

Studenoemisní zdroje elektronů mají hlavní uplatnění u elektronových mikroskopů a nanoanalytických přístrojů. Celkové studenoemisní proudy nelze libovolně stupňovat. Téměř všechny elektronově optické přístroje pracují s aperturními úhly

menšími než 10^{-2} rad. Proto je výhodné, aby veškerý emisní proud katody byl koncentrován do minimálního prostorového úhlu. V takovém případě je ovšem využitelná pouze malá část emitovaných elektronů a katoda je přetěžována velkým emisním proudem. Vhodným výběrem materiálu, jeho správnou oxidací a vhodnou technologickou přípravou lze dosáhnout až stonásobného vzrůstu proudu do jednotkového prostorového úhlu. Flukтуаční složka je sice zatím limitujícím faktorem využití, ale zároveň velmi dobrým indikátorem kvality a délky života katody [7].

Podstatně rozdílné jsou vakuové podmínky, které je třeba zajistit pro různé typy emisních zdrojů. Čím nižší je pracovní teplota katody, tím vyšší jsou nároky na vakuum a složení zbytkové atmosféry viz tabulka 3.1.

Tab. 3.1: Požadavky na vakuum.

Autoemise za pokojové teploty	10^{-8} Pa	ultravysoké vakuum
Termoautoemise	10^{-6} Pa	vysoké vakuum
LaB ₆	10^{-4} Pa	jemné vakuum
Termoemise	10^{-2} Pa	jemné vakuum

Závislost hustoty emisního toku elektronů v celém rozsahu teplot i elektrického pole závisí na výstupní práci elektronů exponenciálně.

S procesem změny výstupní práce v závislosti na chemickém stavu emisního povrchu, který je blíže popsán v kapitole 3.1, pak souvisí i šumové vlastnosti.

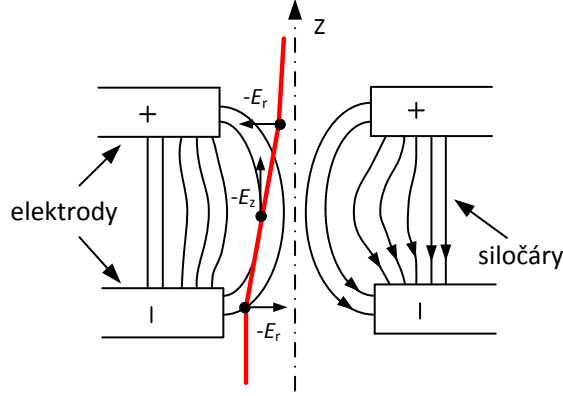
3.3 Fokusace

Důležitou součástí přístrojů založených na principu pohybu elektronů, či jiných částic, jsou fokusační soustavy, sloužící k usměrnění, ohybu či vychýlení proudu částic prostřednictvím elektrického nebo elektromagnetického pole, tedy za pomoci deskových kondenzátorů, elektrostatických či elektromagnetických cívek. V elektronových mikroskopech tyto systémy zajišťují požadovaný směr proudu elektronů a nahrazují optické čočky známé z optických mikroskopů.

3.3.1 Fokusace tenkou elektrostatickou čočkou

Na obr. 3.5 můžeme vidět princip fokusace elektrostatickou čočkou.

Předpokladem je, že při průchodu čočkou se hodnota radiální souřadnice částice příliš nezmění vlivem tenké čočky. Intenzitou pole rozumíme osovou komponentu E_z v paraxiální oblasti [3].



Obr. 3.5: Fokussace elektrostatickou čočkou [3].

Působení čočky na částici lze rozdělit na 3 případy:

1. Intenzita pole se prudce změní z hodnoty $E = 0$ na hodnotu $E = (\varphi_0 - \varphi_i)/l$, aniž se potenciál $\varphi = \varphi_0$ příliš změní. Získáme tak přírůstek:

$$\Delta v_r = \left(\frac{e}{2mv_0} \right) r \frac{\varphi_0 - \varphi_i}{l}, \quad (3.5)$$

zatímco $\Delta v^2 = 0$.

2. Intenzita pole zůstává konstantní $E = (\varphi_0 - \varphi_i)/l$, potenciál φ se mění z φ_0 na φ_i . Získáme tak přírůstek:

$$\Delta v^2 = v_i^2 - v_0^2 = - \left(\frac{2e}{m} \right) (\varphi_0 - \varphi_i), \quad (3.6)$$

zatímco $\Delta v_r = 0$.

3. Intenzita pole se prudce mění z $E = (\varphi_0 - \varphi_i)/l$ na $E = 0$, aniž se potenciál $\varphi = \varphi_i$ změní. Získáme tak přírůstek:

$$\Delta v_r = - \left(\frac{e}{2mv_i} \right) r \frac{\varphi_0 - \varphi_i}{l}. \quad (3.7)$$

Celkový přírůstek radiální rychlosti je:

$$\Delta v_r = r \left(\frac{e}{2m} \right) (\varphi_0 - \varphi_i) \frac{1/v_0 - 1/v_i}{l} = - \left(\frac{r}{4l} \right) (v_i - v_0)^2 \left(\frac{1}{v_0} + \frac{1}{v_i} \right), \quad (3.8)$$

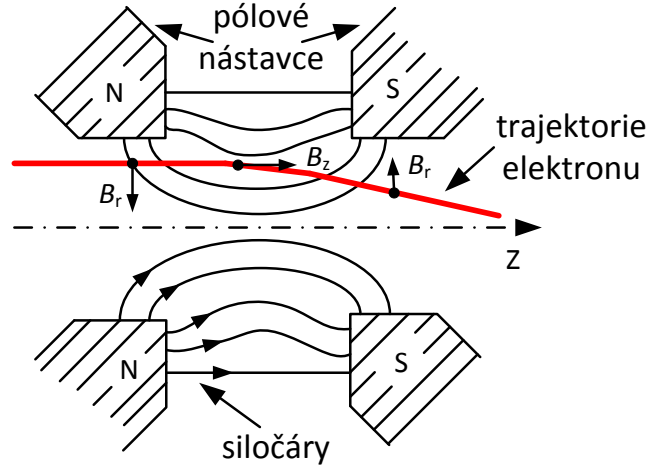
porovnáním změny úhlu s optickou osou $\delta = -\Delta v_r/v_i$ s výrazem $\delta = r/f_i$ pro tenkou čočku dostáváme pro obrazovou ohniskovou vzdálenost:

$$f_i = \frac{4lv_i^2v_0}{(v_i + v_0)(v_i - v_0)^2} \quad (3.9)$$

a indexy lomu jsou $n_0 = v_0$ a $n_i = v_i$ [3].

3.3.2 Fokusace tenkou magnetickou čočkou

Fokusace magnetickou čočkou probíhá podstatně jinak, než tomu bylo u čočky elektrostatické, i když můžeme působení čočky na částici opět rozdělit na 3 základní fáze viz obr. 3.6. Předpokládejme i nyní, že jde o tenkou čočku a indukcí pole budeme rozumět složku B_z v paraxiální oblasti [3].



Obr. 3.6: Fokusace magnetickou čočkou [3].

1. Indukce pole se prudce změní z hodnoty $B = 0$ na hodnotu $B = \mu_0 NI/l$. Azimutální složka rychlosti se změní z $v_\varphi = 0$ na:

$$v_\varphi = -\frac{e \mu_0 r N I}{2 m l}, \quad (3.10)$$

radiální složka rychlosti se příliš nezmění.

2. Indukce pole zůstává konstantní $B = \mu_0 NI/l$, stejně tak se příliš nemění azimutální složka rychlosti:

$$v_\varphi = \frac{-e \mu_0 r N I}{2 m l}, \quad (3.11)$$

zato radiální složka rychlosti má na délce l podél optické osy přírůstek:

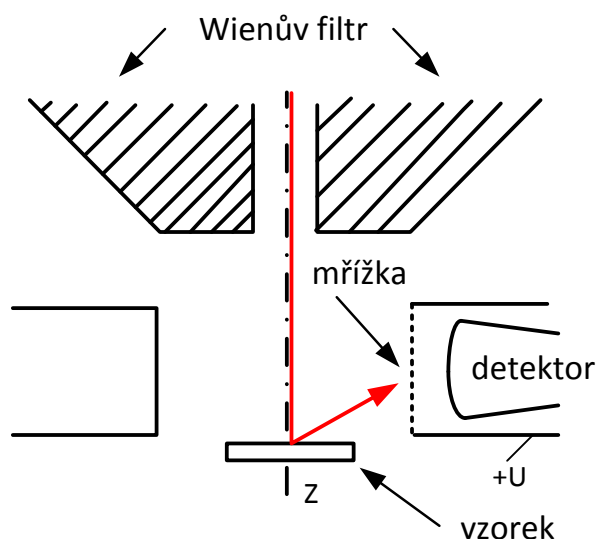
$$\Delta v_r = -\left(\frac{e \mu_0 N I}{2 m l}\right)^2 \frac{r l}{v}. \quad (3.12)$$

3. Indukce pole se prudce změní z hodnoty $B = \mu_0 NI/l$ na $B = 0$. Azimutální složka rychlosti nabude opět nulovou hodnotu $v_\varphi = 0$ a radiální složka rychlosti se příliš nezmění. Porovnáním změny úhlu s optickou osou $\delta = -\Delta v_r/v$ pro tenkou čočku dostáváme pro ohniskovou vzdálenost výraz:

$$f = \left(\frac{2 m v}{e \mu_0 N I}\right)^2 l. \quad (3.13)$$

3.4 Wienův filtr

Fokusační čočky jsou součástí transmisních (TEM) i skenovacích (SEM) elektronových mikroskopů, v SEM jsou navíc detektory sekundárních elektronů. Pro ochranu primárního svazku je důležité použití Wienova filtru, což je pásmová propust složená z rezistorů a kondenzátorů. Sekundárních elektrony jsou v SEM přitahovány k detektoru kladným extrakčním napětím několika stovek V viz obr. 3.7.



Obr. 3.7: Použití Wienova filtru v SEM [3].

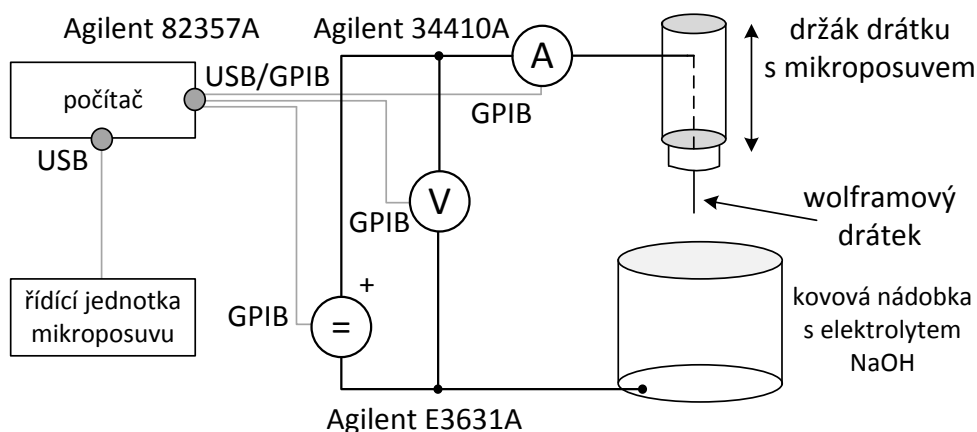
Pokud je energie elektronů v primárním svazku nízká, může elektromagnetické pole detektoru ovlivnit optické vlastnosti svazku jeho vychýlením a způsobit astigmatismus a chromatickou vadu čoček. Dochází tedy k nežádoucímu křížení elektrického a magnetického pole. Aby k tomuto jevu nedocházelo, vkládá se Wienův filtr, jehož hodnota a polarita magnetického pole je zvolena tak, aby propouštěl osový paprsek primárního svazku. Filtr je popsán lineárními členy jako ideální čočka s lineární disperzí ve směru optické osy při dané orientaci elektrostatického a magnetického pole [3].

Sekundární elektrony jsou urychlovány elektrickým polem mezi vzorkem a čočkou směrem od vzorku a procházejí čočkou proti směru pohybu primárního svazku. Při malých hodnotách dopadové energie primárního elektronu je trajektorie sekundárního elektronu blízká trajektorii primárního elektronu. Protože se ale sekundární elektron pohybuje v čočce i Wienově filtru opačně, působí magnetická síla souhlasně s elektrostatickou silou. Dochází k vychýlení osy svazku sekundárních elektronů a buzení Wienova filtru je nastaveno tak, že tato výchylka je 15° od optické osy primárního svazku. Střed vychýlení je ve středu Wienova filtru [3, 15].

3.5 Výroba katod elektrochemickým leptáním

3.5.1 Technologie výroby

Jednou z možností výroby katod je metoda elektrochemického leptání, označovaná jako (*drop off*), která byla experimentálně rozpracovaná na Ústavu fyziky [12]. Schéma pracoviště viz obr. 3.8.

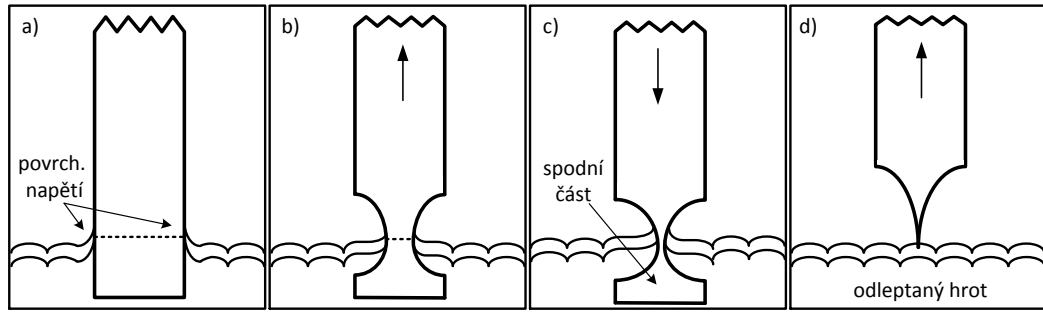


Obr. 3.8: Schématické uspořádání experimentálního pracoviště přípravy katod [8].

Samotný proces vyleptávání probíhá ve dvou fázích, nejdříve je však potřeba provést mechanickou očištění velmi tenkého drátku z vysoce čistého wolframu (99,9 %), která spočívá v jeho obroušení jemným smrkovým papírem pro odstranění nečistot a povrchových oxidových vrstev, které by negativně ovlivňovaly proces leptání [7, 8]. Následně se provádí elektrolytické čištění střídavým proudem, při kterém dojde k odleptání povrchové vrstvy drátku, ponořeného do slabšího vodného roztoku NaOH (5 %) viz obr. 3.9 a.

Během celého procesu leptání se provádí počítačem řízená detekce hladiny elektrolytu a zanoření drátku – během zasouvání a vysouvání drátku dochází k cyklické detekci hladiny elektrolytu metodou měření leptacího proudu. Touto metodou jsme schopni umístit drátek pod hladinu s přesností na 0,05 mm, neboť nejúčinnějším místem leptání je oblast hladiny elektrolytu.

V první fázi elektrochemického leptání dochází k odleptání již zanořeného wolframového drátku tloušťky 0,3 mm, používá se silnější roztok NaOH (20 %) a je přivedeno stejnosměrné napětí 6,9 V. První fáze končí dosažením definované hodnoty leptacího proudu a vynořením drátku, který se v úrovni hladiny zúžil viz obr. 3.9 b.



Obr. 3.9: Nákres základních kroků technologie elektrochemického leptání katod [7].

Povrchové napětí, působící na drát nad místem předchozího leptání, tvaruje drát a poté vede k odpadnutí (*drop off*) spodní části drátku viz obr. 3.9 c.

Ve druhé, závěrečné fázi, probíhá leptání ve slabším roztoku NaOH za přítomnosti exponenciálně klesajícího stejnosměrného napětí, které je v reálném čase nastavováno počítačem na laboratorním zdroji. Snižující se napětí redukuje proudovou hustotu, čímž zpomaluje leptání a dosahuje tak geometricky přesnějšího tvaru hrotu před jeho vytažením z elektrolytu. Během celého procesu dochází k zaznamenávání diskrétních hodnot leptacího proudu v pevně daných okamžicích. V okamžiku odpadnutí spodní části hrotu dochází k náhlému poklesu leptacího proudu a leptání je nutno ukončit viz obr. 3.9 d. V případě opožděného vytažení hrotu by došlo pokračujícím naleptáváním k jeho nežádoucí deformaci. Kontinuální sledování procesu je technologickou nutností, protože k odpadnutí spodní části hrotu nedochází vždy ve stejném čase. Z tohoto důvodu jsme zavedli a implementovali algoritmus založený na diskrétní druhé derivaci, který detekuje prudké změny proudu během leptání. Jelikož známe přibližnou oblast, ve které obvykle dochází k pře leptání vlákna a k odpadnutí jeho spodní části (50 – 100 μA), bylo možné na základě naměřených časových průběhů zvolit adekvátní hodnotu gradientu, při které dochází k odpadnutí vlákna a aparatura leptání zastaví a vlákno se vysune [7, 8].

Obecně lze říci, že byl hledán takový algoritmus, jehož odezva musí být:

- pro oblasti s konstantním proudem nulová
- pro oblasti se skokovou změnou proudu nenulová
- pro plynulou změnu proudu nulová.

Z matematického pohledu tyto podmínky splňuje diskrétní druhá derivace:

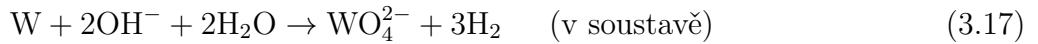
$$\frac{\partial^2 f}{\partial x^2} = f(x-1) - 2f(x) + f(x+1), \quad (3.14)$$

kde hodnoty $f(x)$ jsou nahrazeny diskrétními hodnotami úrovní leptacího proudu, které jsou kontinuálně měřeny. První kontrola tedy proběhne až ve třetím měřicím

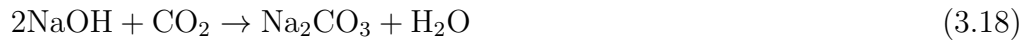
cyklu, kdy již máme v paměti uloženy hodnoty x a $x - 1$. Pro účely detekce je možné použít i metodu založenou na první derivaci, nicméně druhá derivace je mnohem citlivější na prudké změny proudu a na rozdíl od metod založených na první derivaci má nulovou odezvu pro plynulou změnu proudu, což je z hlediska detekce výhodnější [7, 8].

3.5.2 Fyzikální a chemické podmínky

Leptaný materiál je umístěn do uzemněného kovového kalíšku naplněného leptacím roztokem. Průchodem leptacího proudu dochází na anodě a katodě k chemickým dějům, které jsou popsány následujícími rovnicemi:



Následkem elektrochemického leptacího procesu a působení okolních podmínek, je hrot nevyhnutelně pokryt tenkou vrstvou na bázi oxidů. Jedná se částečně o WO_3 (oxid wolframový), z části o Na_2WO_4 (wolframan sodný) a v malé míře ($<1\%$) Na_2CO_3 (uhličitan sodný), který vzniká reakcí hydroxidu sodného s kyselým, vzdušným oxidem uhličitým viz rovnice 3.18 a má tendenci se usazovat v pórech kovu.



Z toho důvodu je třeba hrot po leptání opláchnout ve vodní lázni a očistit ho kyselinou s redukčními účinky (např. H_2SO_3 – kyselina siřičitá) [8].

3.5.3 Kvalita a odolnost hrotu

Poloměr zakřivení hrotu v momentu odpadnutí lze vyjádřit vztahem:

$$r = R\sqrt{(\rho_w - \rho_e)L/\sigma}, \quad (3.19)$$

kde R a L jsou poloměr a délka odpadající části, ρ_w a ρ_e jsou hustoty wolframu a elektrolytu a σ je konečná pevnost v tahu. Výsledná ostrost hrotu tedy závisí i na velikosti odpadající části, která by měla být co možná nejmenší. Malá hmotnost odpadající části zároveň minimalizuje některé negativní efekty vznikající náhlým uvolněním uložené elastické energie v okamžiku ulomení vlákna.

Pokud je uvolnění energie (úměrné hmotnosti odpadající části) příliš vysoké, může

to vést k utrnutí hrotu, k jeho ohnutí nebo k místnímu roztavení, což může způsobit deformaci nebo otupení hrotu. Obvykle je počáteční délka drátu ponořeného v roztoku použita jako parametr určující velikost odpadající části. Příliš malé ponoření drátku vede ke kompletnímu rozkladu, zatímco příliš velké ponoření vede k předčasnému zalomení krčku. V obou případech dochází k nežádoucímu snížení ostroty hrotu.

Pro dosažení požadované čistoty a zvýšení chemické odolnosti hrotu se provádí neutralizace opláchnutím hrotu v destilované vodě a následné opláchnutí v kyselině sírové. Z praktických důvodů se osvědčilo potažení hrotu speciální, teplem vytvrzovanou epoxidovou vrstvou, která zvyšuje odolnost hrotu katody vůči působení residuálních iontů ve vakuu [7, 8].

Výše popsanou technologií se podařilo připravit aktivní studenoemisní katodu s hrotem o průměru 50 nm, která funguje při tlaku 10^{-6} Pa a při extrakčním napětí 200 V, což je velice nízká hodnota (pouze 10 %) ve srovnání s klasickou wolframovou studenoemisní katodou, která začíná emitovat až při napětí 2 kV a vyžaduje vakuum o 2 řády kvalitnější. Takto vyrobená katoda navíc nevyžaduje pravidelné žíhání povrchu nutné k odstranění nežádoucích částic, které se na hrotu usazují v důsledku chemisorpce a fyzisorpce. Vrstvička epoxidu ochraňuje hrot katody před nežádoucím poškozením, zvyšuje životnost katody, přispívá ke stabilizaci emisního proudu a díky vyšší čistotě povrchu se zřejmě pozitivně projeví i předpokládaným poklesem fluktuace emisního proudu [7].

4 ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPY

4.1 Vývoj elektronových mikroskopů

Na počátku 20. století se v Berlíně věnovali Ernst Ruska a profesor Max Knoll výzkumu jevů v magnetickém poli ovlivňovaném silným elektrickým proudem.

Na tomto základě došlo k vývoji elektromagnetické čočky a konstrukci prvního transmisního (prosvěcovacího) elektronového mikroskopu. „Za fundamentální práce na poli elektronové optiky a za objev elektronového mikroskopu“ byl Ruska oceněn polovinou Nobelovy cenu za fyziku, druhou polovinu „Za konstrukci skenovacího tunelového mikroskopu“ získali vědci Gerd Binnig a Heinrich Rohrer, a to až v roce 1986. Výrobu transmisních elektronových mikroskopů (TEM) s deklarovanou rozlišovací schopností 10 nm zahájila v roce 1939 firma Siemens a Halske.

Z hlediska biologie je největší přínos TEM v tom, že dokáže zobrazit nejmenší živé organismy – viry. Pomalejší a složitější byl vývoj skenovacích (rastrovacích, řádkovacích) elektronových mikroskopů (SEM), princip rastrování byl teoreticky i prakticky popsán již těsně před 2. světovou válkou M. von Ardenem, nicméně první SEM zkonstruoval americký vědec ruského původu Vladimir K. Zworikyn – vynálezce fotonásobiče, který umožnil detekci sekundárních elektronů. Dosud nejvýkonnějším TEM je tzv. 3 MV transmisní elektronový mikroskop vyrobený v 80. letech 20. století, který poprvé umožnil uvidět atom.

4.2 Principy elektronové mikroskopie

Klasická optická mikroskopie nalezla své hranice v nemožnosti oddělit obrazy dvou předmětů, jejichž vzájemná vzdálenost je menší než polovina vlnové délky použitého světla. Rayleighovo kritérium (či Abbeova podmínka) ukazuje, že dva body jsou pozorovatelně odděleně, jestliže jejich vzdálenost je vyšší než:

$$1,22 \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \Phi}, \quad (4.1)$$

kde λ je vlnová délka použitého světla, n index lomu prostředí a Φ poloviční vstupní úhel zobrazovací optické soustavy. Optický mikroskop tedy zobrazí maximálně polovinu vlnové délky viditelného světla, čili 200 nm [14].

Elektronový mikroskop (EM) je stejně jako optický mikroskop (OM) optický přístroj, sloužící ke zvětšení velmi drobných objektů. Princip elektronového mikroskopu je založen na tom, že dráha pohybujících se elektronů je ovlivňována magnetickým polem, a že svazek elektronů může být tedy fokusován soustavou magnetických čoček viz kapitola 3.3.2 podobně, jako je tomu u světelných paprsků procházejících optickými čočkami. Protože však mezní rozlišovací schopnost čočky, která nemá žádné

vady, je úměrná vlnové délce použitého záření, podstatně kratší vlnová délka elektronového záření proti vlnové délce viditelného světla umožňuje dosáhnout podstatně vyšší rozlišovací schopnosti [10].

Zásadní rozdíly, kterými se EM liší od OM jsou tyto:

- fotony jsou nahrazeny elektrony,
- optické čočky jsou nahrazeny čočkami elektromagnetickými,
- EM mají vyšší rozlišovací schopnost a užitečné zvětšení viz tabulka 4.1,
- EM jsou větší, náročnější na obsluhu, potřebují napojení na další zobrazovací a řídicí systémy.

Tab. 4.1: Srovnání rozlišovací schopnosti a užitečného zvětšení.

Typ mikroskopu	Rozlišovací schopnost	Užitečné zvětšení
OM	0,25 mm	550×
SEM	10 nm	10 000×
TEM	0,1 nm (= 1 Å)	až 1 000 000×

Skenovací elektronové mikroskopy se používají k zobrazení a analýze povrchů prakticky libovolně velkých vzorků, podmínkou je dostatečně velký prostor pro jejich umístění. Transmisní elektronové mikroskopy slouží k rozlišení vnitřních struktur vzorků (buněčných struktur, atomů, krystalů, apod.)

Vysoká rozlišovací schopnost a možnost zvětšení u TEM je podmíněna náročnou přípravou ultratenkých vzorků (optimálně 60 – 70 nm) a obtížnější interpretací získaných snímků [14].

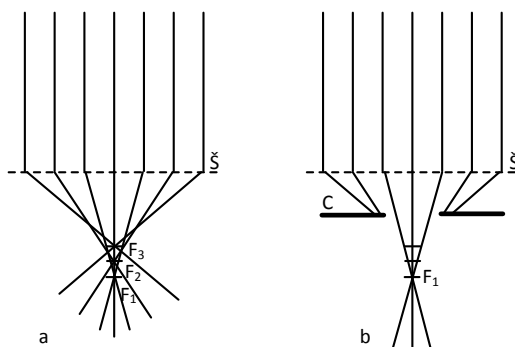
Zcela odlišný je princip rastrovacího tunelového elektronového mikroskopu (STM). Jedná se o neoptický zvětšovací systém, o němž bude blíže pojednáno v kapitole 4.6.

4.3 Vady elektromagnetických čoček

Jedním z hlavních důvodů, proč se v optické i elektronové mikroskopii nedosahuje teoretické rozlišovací schopnosti jsou vady čoček.

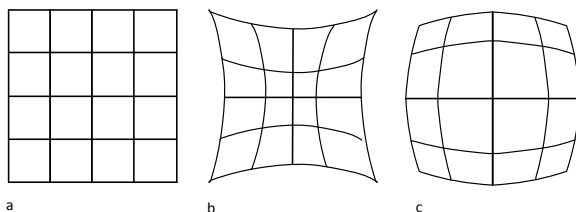
Chromatická aberace (barevná vada) je důsledkem energiové nehomogenity svazku elektronů. Pomalejší elektrony s větší vlnovou délkou jsou v magnetickém poli cívek vychylovány jinak a protínají osu cívky v jiném bodě, než elektrony s vyšší rychlostí. Tuto vadu nelze zcela odstranit, neboť závisí i na změnách energií elektronů při interakci mezi elektrony a preparátem. Omezení chromatické vady je možné docílit zlepšením kvality elektronového svazku (koherentnosti a monochromatickosti) co nejlepší stabilizací urychlovacího napětí mikroskopu [14].

Sférická vada viz obr. 4.1 a je neschopnost čočky zaostřovat svazek elektronů vycházející z bodového zdroje opět do jednoho bodu. Elektrony, které procházejí vnější částí čočky, jsou zaostřovány do bodu, který leží blíže k čočce, na rozdíl od elektronů, které procházejí čočkou v těsné blízkosti optické osy. Velikost sférické vady je závislá na ohniskové vzdálenosti čočky a je tím větší, čím větší je tato vzdálenost. Reguluje se odstraněním okrajových paprsků clonou viz obr. 4.1 b.



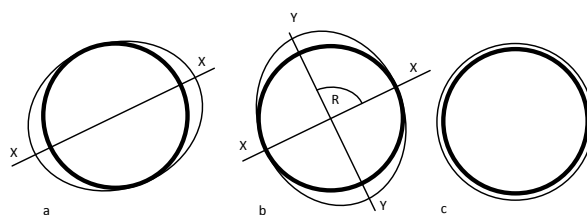
Obr. 4.1: a) sférická vada, b) regulace sférické vady

Důsledkem této vady je, že zvětšení v krajích obrazu je jiné než v centrální části a výchozí obraz viz obr. 4.2 a se deformuje viz obr. 4.1 b a 4.1 c.



Obr. 4.2: a) nezkreslený obraz, b) poduškovitost, c) soudkovitost

Osový astigmatismus viz obr. 4.3 má za příčinu asymetrii magnetického pole, způsobenou nejčastěji nečistotami uvnitř mikroskopu. Nečistoty se nabíjejí a vzniklým magnetickým polem vychylují elektrony z optimální dráhy. Ke korekci vady se používá tzv. stigmátor, který svým magnetickým polem ruší účinky magnetických polí nečistot [14].



Obr. 4.3: a) kolmý směr pod fokusem, b) kolmý směr nad fokusem, c) rozostření rovnoměrné

4.4 Konstrukce a funkce TEM

Transmisní elektronový mikroskop je poměrně složité technické zařízení, umožňující pozorování preparátů do tloušťky 100 nm při velkém zvětšení a vysoké rozlišovací schopnosti. Z obrázku 4.4 je zřejmé, že je principiálně podobný optickému mikroskopu. Oba přístroje mají společnou řadu součástí, TEM však potřebuje ke své činnosti i mnoho dalších systémů, např. vysokonapěťové zdroje, elektroniku k řízení mikroskopu a výkonný vakuový systém pro vyčerpání vnitřních prostor mikroskopu na hodnotu, která zabezpečí střední volnou dráhu elektronu blížíící se 1 m, proto je tubus TEM oproti ostatním typům mikroskopů delší [14].

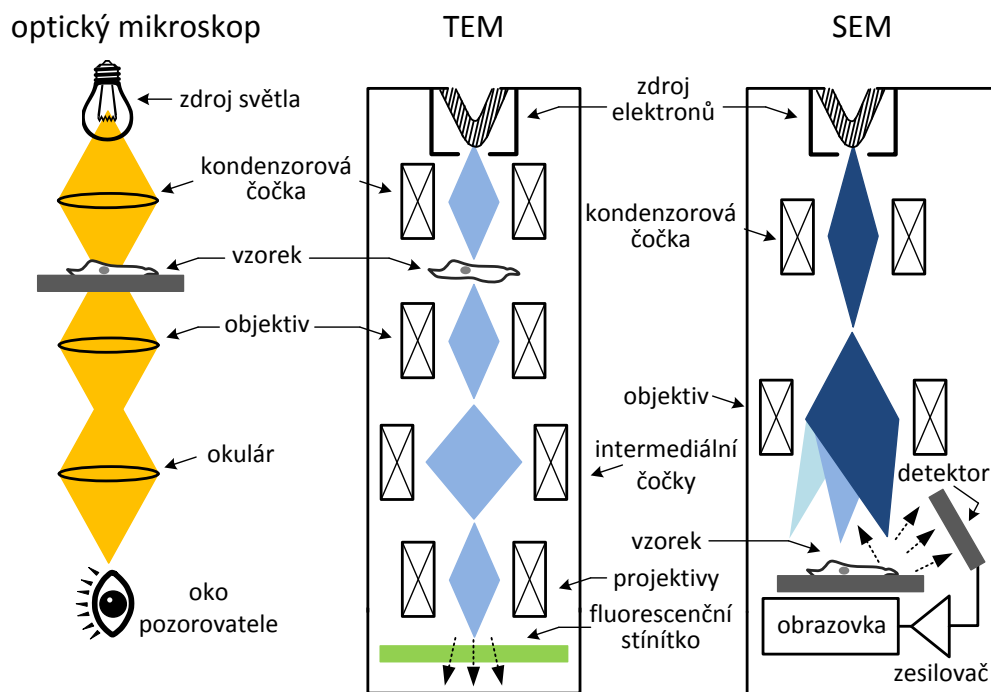
Zdrojem elektronů v TEM může být termoemisní nebo autoemisní tryska. Termoemisní trysku tvoří katoda emitující elektrony a anoda s centrálně uloženým kruhovým otvorem, která elektrony přitahuje a dává jim dostatečné zrychlení na průchod tubusem mikroskopu. Vlákno katody je vystředěno do otvoru Wehneltova válce, který má záporné předpětí a díky jehož působení se okolo emitujícího hrotu katody vytvoří oblak elektronů. Ty elektrony, které mají správný směr a zároveň získají dostatečnou rychlost, jsou potom odsávány z otvoru Wehneltova válce k anodě a prolétají dále do tubusu. Wehneltův válec tedy funguje jako první elektrostatická čočka mikroskopu [14].

Velikost žhavicího proudu katody nelze zvyšovat neomezeně, efektivně jej lze zvyšovat pouze do hodnoty, kdy dosáhneme maximálního emisního proudu. Při dalším zvyšování žhavicího proudu se již emitovaný svazek elektronů mění nepatrně, ale katoda se vlivem přezhavení rychleji opotřebovává a snižuje se její životnost. Ve stavu, kdy je katoda podžhavená, vzniká dutý paprsek, který se používá k vycentrování elektronové trysky a k nastavení stigmátoru osvětlovací soustavy čoček.

Výkonnějším zdrojem elektronů s neomezenou životností je tryska autoemisní s hrotovou katodou viz obr. 3.2 b, proti níž je umístěna elektroda s kladným napětím 5 kV. Kolem hrotu vzniká elektrické pole s intenzitou $108 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1}$, které je schopno vytrhávat elektrony z povrchu hrotu. Autoemisní tryska má mnohem vyšší nároky

na kvalitu vakua viz tabulka 3.1 [14].

Osvětlovací soustavu TEM tvoří elektronová tryska spolu s kondenzorovými čočkami. Elektrostatická optika elektronové trysky promítá obraz do křižště viz obr. 3.3 a, které má elipsovité tvar, slouží v mikroskopu jako technický zdroj elektronů a jeho poloha se mění centrováním katody. Čím je průmět emisního vlákna v křižšti kruhovější, tím je zdroj elektronů bodovější a koherentnější. Urychlené elektrony vstupují do magnetického pole kondenzorových čoček, které směřují elektronový paprsek z křižště na preparát. Zpravidla se používají dvě kondenzorové čočky, z nichž první vytváří obraz křižště a může měnit velikost obrazu změnou ohniskové vzdálenosti. Druhou kondenzorovou čočkou se tento obraz zaostřuje do roviny preparátu [14].



Obr. 4.4: Zjednodušené schéma optického, TEM a SEM mikroskopu.

Důležitou úlohu v mikroskopu hraje hodnota úhlové apertury, při které je možné z roviny preparátu pozorovat křižště. Mění se v závislosti na zaostření a je největší ve fokusu kondenzorové čočky. Maximální úhlová apertura je omezena kondenzorovými clonami. V první čočce je vestavěná clona s velkým průměrem, v druhé je výměnná clona s velikostí otvoru v rozmezí 100 – 500 μm . Vlivem silného elektronového bombardování, dopadajícího na obě clony, dochází k jejich výraznému znečištění a tím zhoršení jedné z vad čoček (astigmatismu) viz kap. 4.3 kondenzorové soustavy [14].

Zobrazovací soustavu TEM tvoří držák vzorku, objektiv, intermediální čočky, projektivy a fluorescenční stínítko viz obr. 4.4. Speciální sítky se vzorkem se ukládají do držáku, vloženého v goniometrickém stolku, na kterém lze preparátem velmi jemně pohybovat v různých směrech pomocí mikrometrických šroubů, myši nebo joysticku, což umožňuje uložit aktuální polohu zajímavého detailu do paměti počítače. Těsně za vzorkem se nachází nejdůležitější část mikroskopu – objektiv. Je to nejvýkonnější čočka mikroskopu, schopná největšího zvětšení a má nejkratší ohniskovou vzdálenost. Požadovaného výkonu je dosaženo tím, že cívka objektivu má velký počet závitů, kterými protéká značný proud, proto musí být cívka chlazená. Důležitým parametrem objektivu je hloubka ostrosti v předmětové rovině, která udává vzdálenost, o kterou se může vzorek posunout od objektivu beze změny ostrosti, to znamená, že všechny body uvnitř ultratenkého řezu budou zaostřené a ve výsledném dvourozměrném obrazu se jejich obrazy budou překrývat.

Dalšími částmi zobrazovací soustavy mohou být detektory sekundárních elektronů, či antikontaminační kryalizační zařízení. Pod preparátem je umístěna objektivová clona, která jednak snižuje sférickou vadu objektivu, jednak výrazně zvyšuje kontrast výsledného obrazu. Obraz získaný objektivovou čočkou se dále zvětšuje na požadovanou velikost pomocí projektivů a intermediálních čoček. V obrazové rovině objektivu je možné pozorovat preparát se zvětšením přibližně $100\times$. Další čočkou, která se zapojuje do zvětšování obrazu, je hlavní projektiv obvykle s konstantním zvětšením $100\times$, pro dosažení dalšího zvětšení se vkládá vedlejší pomocný projektiv.

Výsledné maximální zvětšení celého zobrazovacího systému, je rovno součinu zvětšení všech čoček, a může dosáhnout hodnoty až $1\,000\,000\times$ [14]. Elektrony, které prošly preparátem a zobrazovacím systémem, je nutno vizualizovat např. převodem do oblasti viditelného světla. Na dně tubusu je umístěno fluorescenční stínítko pokryté nejčastěji ZnS (sulfidem zinečnatým) viz obr. 1.2, který je schopen v závislosti na energii a množství dopadajících elektronů emitovat světlo s vlnovou délkou 450 nm. Díky nečistotám je emise posunuta blíže 550 nm, proto se výsledné obrazy na stínítku zobrazují v odstínech zelené a ne fialové. Velikost zrn na stínítku se pohybuje kolem 50 nm, pro vyšší rozlišení detailních struktur se používá pomocné stínítko s jemnějším zrnem kolem 10 nm a možností zvětšit obraz ještě pomocí přídatného optického mikroskopu [14].

Vlastním zdrojem obrazu jsou interakce elektronového svazku se vzorkem, tedy pružný a nepružný rozptyl. Pružný (elastický) rozptyl vzniká, když urychlený elektron prolétá elektronovým oblakem atomu vzorku, je vychýlen pod úhlem, který je tím větší, čím blíže míjí jádro a čím větší je náboj jádra. V extrémních případech může tento úhel dosáhnout až 180° a elektron může být zpětně odražen. Při těchto dějích se předpokládá, že se energie primárních, elasticky rozptýlených elektronů

nemění. Část rozptýlených elektronů s dostatečně velkým úhlem je zachycena objektivovou clonou, proto nedopadnou na stínítko a v důsledku toho se mění intenzita elektronového svazku a vzniká kontrast obrazu. Kontrast, který vzniká tím, že elektrony na stínítko nedopadnou, je velmi výrazný a označuje se jako amplitudový kontrast. Kromě toho se na tvorbě obrazu projevuje ještě fázový kontrast, jenž vzniká díky rozdílu drah elektronů, odchýlených pod různým úhlem, tvořící různé stupně šedi.

Nepružný rozptyl vzniká při srážkách primárních elektronů s elektrony v elektronovém obalu vzorku. Jedná se o srážku dvou částic o stejné hmotnosti, při níž mohou urychlené primární elektrony utrpět relativně velkou ztrátu energie, ale nedojde k jejich odchýlení z původní dráhy. Projdou do zobrazovacího systému mikroskopu, a protože změna energie a rychlosti přispěje ke změně jejich vlnové délky, mají vliv na ostrost obrazu tím, že zhoršují chromatickou vadu objektivu viz kap. 4.3. Jejich nepříznivý vliv roste s tloušťkou vzorku a s klesajícím urychlovacím napětím [14].

4.5 Konstrukce a funkce SEM

Skenovací elektronový mikroskop je přístroj určený k pozorování povrchů nejrůznějších objektů. Zásadní rozdíl oproti OM a TEM je v tvorbě výsledného obrazu prostřednictvím sekundárního signálu získaného z odražených nebo sekundárních elektronů a jedná se tedy o metodu nepřímou. SEM nepotřebuje systém soustavy čoček jako u TEM viz obr. 4.4, místo toho je vybaven detektory sekundárních a odražených elektronů a elektronickými zařízeními na zesílení a zpracování signálu a tvorbu obrazu. Největší předností SEM je velká hloubka ostrosti a vznik dalších signálů jako RTG záření, Augerovy elektrony, či katodoluminiscence, které jsme schopni samostatně detekovat a získat tak další informace o vzorku, například o jeho prvkovém složení a kvantitativním zastoupení jednotlivých prvků [14].

SEM má velmi vysoké požadavky na velikost a kvalitu emisního proudu, proto se i zde osvědčilo použití autoemisních trysek. Rozlišovací schopnost u SEM do značné míry závisí na průměru fokusovaného svazku primárních elektronů dopadajících na povrch vzorku. V SEM se při prohlížení biologických preparátů obvykle používá urychlovací napětí do 25 kV, jeho hodnota však závisí na typu vzorku, zvětšení, kterého chceme dosáhnout, i na tom, do jaké míry se nabíjí povrch prohlíženého vzorku. Nepříznivé efekty nabíjení lze částečně eliminovat snižováním urychlovacího napětí, což však na druhé straně vede ke snížení rozlišovací schopnosti díky zvýšení chromatické a sférické vady čoček viz kap. 4.3. Hlavním úkolem soustavy elektromagnetických čoček v SEM je co nejvíce zmenšit průměr svazku elektronů, které dopadají na povrch vzorku viz kapitola 3.3.2. Soustava čoček je u SEM zpra-

vidla tvořena jednou nebo dvěma kondenzorovými čočkami a objektivovou čočkou s proměnnou zmenšovací výkonností. K odstranění astigmatismu, ke kterému dochází například při výměně vzorků, opět slouží stigmátor, jehož nastavení je nutné průběžně kontrolovat. Elektromagnetickými čočkami zkoncentrovaný svazek primárních elektronů je před dopadem na povrch vzorku vychýlen cívkami tak, že rastruje malou plošku [14].

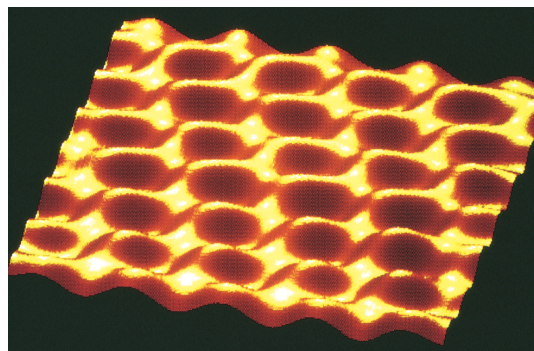
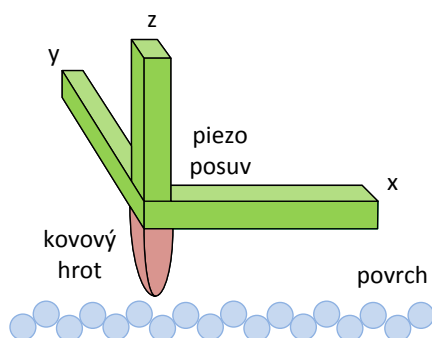
Vakuová komora pro uložení vzorku je ve srovnání s TEM rozměrná, opět se používá goniometrický stolek. V blízkosti vzorku jsou umístěny detektory jednotlivých signálů.

Získání obrazu v SEM je založeno na interakci primárního svazku s povrchem prohlíženého objektu. Interakce mezi primárními elektrony a atomy vzorku se opět dělí na dva typy, na elastické a neelastické kolize. Elastické kolize mají na svědomí vznik zpětně odražených elektronů. Při neelastické kolizi dochází k předávání energie primárních elektronů atomům vzorku a následně k uvolnění sekundárních a Augerových elektronů, RTG záření a katodoluminiscenci.

Detektor sekundárních elektronů je tvořen scintilátorem, z něhož vede světlovod do fotonásobiče, který světelný signál převede na elektrický a zesílí jej ($1\,000\times$ – $1\,000\,000\times$). Detekce zpětně odražených elektronů může být provedena scintilátorem nebo polovodičovým detektorem využívajícím p-n přechodu nebo Schottkyho diody [14].

4.6 Konstrukce a funkce STM

Rastrovací tunelový mikroskop (Scanning Tunneling Microscope), je založen na tunelovém a piezoelektrickém jevu.



Obr. 4.5: Náskres rastrovacího hrotu STM

Obr. 4.6: Povrch grafitu v STM [9].

Tři vzájemně kolmé křemenné tyče viz obr. 4.5 vedou ostrý vodivý hrot těsně nad studovaným povrchem. Křemenný krystal je vlivem přiloženého elektrického napětí,

schopný nepatrně změnit své rozměry. Těto vlastnosti se dá využít pro plynulou změnu délky každé ze tří tyčí o velmi malé hodnoty, takže hrotem můžeme nejen rastrovat podél povrchu (ve směrech x a y), ale také jím můžeme pohybovat kolmo k povrchu vzorku ve směru z [9].

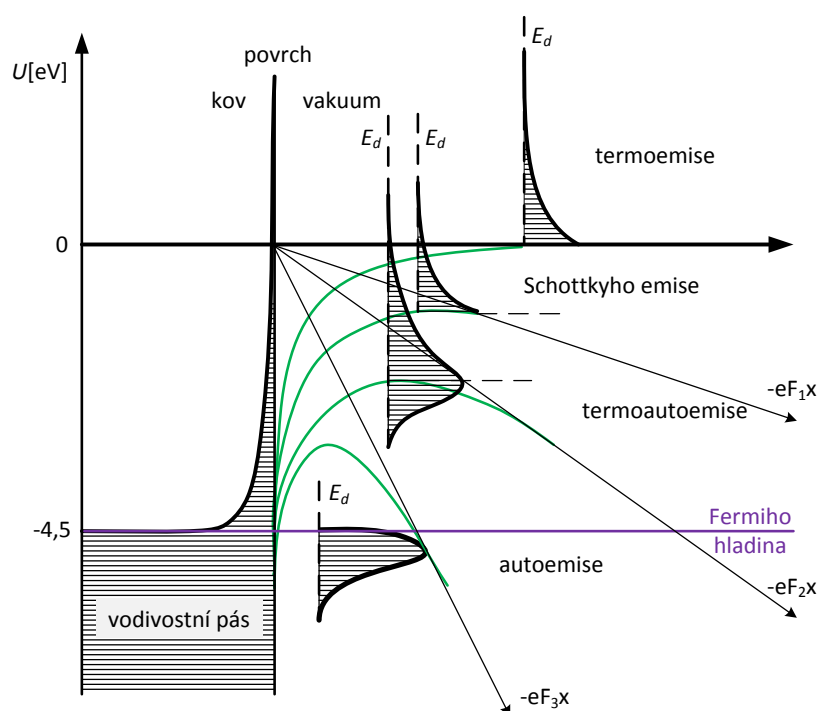
Mezi hrotem a povrchem vzorku se udržuje malé napětí, někdy jen 10 mV a vzdálenost mezi povrchem a hrotem vytváří potenciálovou bariéru. Je-li hrot dostatečně blízko u povrchu, elektrony ze vzorku mohou touto bariérou tunelovat do hrotu a vytvářet tak tunelový proud. Při praktickém provozu se používá zpětná vazba pro nastavení svislé vzdálenosti hrotu tak, aby se při rastrování nad povrchem udržoval tunelový proud konstantní. To znamená, že hrot sleduje konturu povrchu, tedy vzdálenost hrotu od vzorku zůstává při rastrování konstantní.

Na výstupu pak můžeme na monitoru zobrazit proměnnou svislou polohu hrotu, a tedy obrys povrchu, jako závislost na poloze hrotu v rovině xy . Záznam jeho pohybu vytvoří zobrazení jako na obr. 4.6 [9].

5 PRAKTICKÁ ČÁST

5.1 Charakteristika emisních katod

Jednotlivé typy emisních zdrojů fungují v různých podmínkách, nejdůležitějšími faktory jsou provozní teplota, intenzita elektrického pole a kvalita vakua. Tyto faktory tedy v konečném důsledku určují typ emise elektronů do vakua. Na obr. 5.1 vidíme přehledné srovnání distribuce energie pro jednotlivé typy emisí, které jsou pro jednotlivé typy odlišné.



Obr. 5.1: Přehledové srovnání energiového rozdělení emisních zdrojů.

5.1.1 Termoemisní katody

- pracovní teplota až 3000 K
- tvar hrotu - zaoblená vlásenka, zahrocená vlásenka (vhodněji nahrazená hrotovou katodou), čím je ostřejší hrot, tím je nižší výstupní práce díky deformaci potenciálové bariéry
- emitující plocha - cca 100 μm
- elektrické pole - zanedbatelné

- výstupní práce - můžeme uvažovat s φ čistého kovu (cizí atomy setrvávají jen krátkou chvíli)
- provozní vakuum 10^{-2} Pa
- velikost emisního proudu až 400 μ A
- velikost zdánlivého zdroje desítky μ m
- vyzařovací úhel 10^{-3} rad
- šum - vysokofrekvenční s malou amplitudou
- životnost - wolframové vlákno až 100 hodin, hroty z LaB₆ až 600 hodin

5.1.2 Autoemisní katody

- pracovní teplota - pokojová (300 K)
emitory s malou chemickou afinitou pracují už při 300 K
emitory s vyšší chemickou afinitou pracují až při 1800 K
- tvar hrotu - hrotová katoda
- emitující plocha - cca 0,1 μ m
- elektrické pole - alespoň 10^{10} V·m⁻¹, elektrické pole musí být natolik silné, aby pravděpodobnost obsazení hladin nad vrcholem potenciálové jámy byla nulová - uplatňuje se tunelový jev
- výstupní práce - silně ovlivněna čistotou povrchu
- provozní vakuum 10^{-8} Pa
- velikost emisního proudu až 20 μ A
- velikost zdánlivého zdroje jednotky nm
- vyzařovací úhel 10^{-1} rad
- šum - nízkofrekvenční, amplituda vlastního šumu až 30 %

5.1.3 Termoautoemisní katody

- průnik termoemise a autoemise
- pracovní teplota 1200 - 1800 K, při nižších teplotách málo teplotně závislá, změnou teploty dosáhneme nastavení různého emisního režimu
- tvar hrotu - hrotová katoda
- energie elektronů se přesune na hodnotu $E_c = E_F + 2kT_c$
- velikost emisního proudu až 200 μ A
- provozní vakuum řádově 10^{-6} Pa
- šum - řádově 1 – 10 % na vyšších frekvencích (kHz - MHz)

5.1.4 Schottkyho katody

- nastavením vyšší teploty a nižší intenzity pole dochází k Schottkyho emisi

- část elektronů je emitovaná klasicky, část tunelováním (1:1), přechod je postupný, závislost proudu na přiloženém napětí je spojitá
- pracovní teplota
 - wolframové katody 1000 až 1700 K
 - katody potažené oxidem zirkonu 1200 až 1800 K
- tvar hrotu - hrotová katoda
- emitující plocha - řádově 0,4 - 1 μm
- abychom zabránili adsorpci nečistot, která nežádoucím způsobem zvyšuje výstupní práci, je třeba provozovat katody za zvýšené teploty nebo provést povrchovou úpravu hrotu wolframové katody potažením epoxidovou vrstvou, u zirkoniových katod zabezpečit dostatečný rezervoár pro vytvoření povrchové vrstvičky oxidu zirkonu povrchovou difuzí [2, 18]
- u wolframových katod nedochází k výraznější termoemisi, mají velký vlastní vysokofrekvenční šum až 20 %
- u zirkoniových katod se vytváří značný termoemisní proud, mají malý šum kolem 1 %
- životnost - až 1000 hodin

5.2 Charakteristika ideálního emisního zdroje

Na emisní zdroje používané v zařízeních, využívajících ke své činnosti fokusovaný elektronový svazek, např. elektronových mikroskopech (SEM, TEM), Augerových systémech či systémech pro diagnostiku polovodičů, jsou kladeny poměrně vysoké nároky:

- malá velikost zdroje
- nízké napětí emisní energie elektronů
- vysoký jas (proud svazku na pevný úhel)
- nízký krátkodobý šum
- vysoká stabilita a dlouhá životnost
- jednoduchá manipulace a ovládání
- co nejnižší pořizovací cena a náklady na provoz

Srovnáním reálných vlastností emisních zdrojů viz kap. 5.1 s požadavky na vlastnosti ideálního zdroje viz kap. 5.2 zjišťujeme, že tyto podmínky nejlépe splňují katody na bázi Schottkyho a studené emise, které podrobíme dalšímu srovnávání.

5.3 Srovnání vlastností Schottkyho a studenoemisních katod

Oba typy zdrojů vynikají ve srovnání s termoemisními zdroji velikostí, jasnem a životností, jsou až 1000 krát menší a 100 krát jasnější, než termoemisní zdroje. Schottkyho zdroj se preferuje oproti studenému emisnímu zdroji z toho důvodu, že poskytuje větší stabilitu a snáze se s ním manipuluje.

Větší stabilita a použitelnost Schottkyho zdroje je vzájemně spojena. Schottkyho emitore má nižší pracovní funkci než studený emitore díky tomu, že Schottkyho emitore požaduje nižší elektrické pole pro získání stejného emisního jasu, než studený emitore.

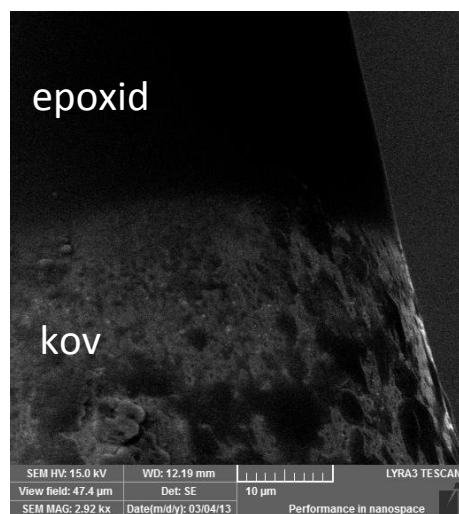
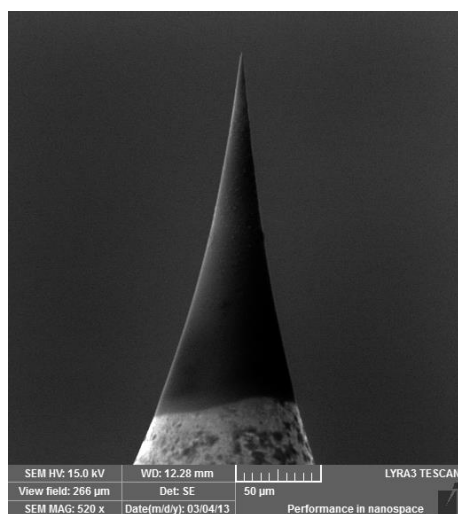
Elektrické pole na emitore je určeno použitým napětím, prostorem mezi emitorem a prvkem extraktoru a ostroty a velikostí hrotu emitore. Čím menší a ostřejší je emitore (hrot katody), tím silnější je elektrické pole pro dané napětí. Z praktických důvodů je původní napětí používané v přístroji s elektronovým svazkem omezeno rozsahem prostoru mezi extraktorem a emitorem. Kvůli těmto praktickým omezením v získání použitého emisního jasu, má studený emitore s vyšší pracovní funkcí nevyhnutelně menší poloměr zakřivení hrotu ($0,1\text{ }\mu\text{m}$) ve srovnání se Schottkyho emitorem ($0,4 - 1,0\text{ }\mu\text{m}$). Dalším faktorem, který ovlivňuje dlouhodobou stabilitu a použitelnost emisních zdrojů je deformace emisní plochy viz obr. 6.7.

Šumem svazku rozumíme časově závislé kolísání proudu svazku, které je nepřímo úměrné velikosti emisní plochy. Emisní plocha je závislá na poloměru emitore. Pokud jsou všechny podmínky emise elektronů do vakua shodné, pak čím menší je emisní plocha, tím větší je šum. Studený emisní zdroj má více šumu než Schottkyho zdroj proto, že má menší emisní plochu, tedy menší poloměr zakřivení hrotu katody.

Dalším faktorem přispívajícím k šumu je teplota emitore. Šum Schottkyho emise je způsoben Brownovým pohybem povrchových atomů W a Zr při teplotě katody 2073 K. Studenoemisní zdroje pracují při laboratorní teplotě, takže při teplotě 300 K na povrchu emitore bychom mohli předpokládat Brownův pohyb atomů W a Zr menší. V reálných vakuových systémech se molekuly zbytkových plynů adsorbují na povrch katody. Brownův pohyb v těchto adsorbovaných plynech na povrchu emisní plochy může být při laboratorní teplotě poměrně významný, a proto se částečně podílí na vzniku šumu ve studené emisi.

Jak již bylo dříve řečeno, ve všech vakuových komorách jsou přítomny zbytky plynů. Jestliže se elektron s vysokou energií srazí s molekulou plynu, vznikne kladný iont. Tento iont je urychlen zpět na emitore, bombarduje emisní plochu a tím mechanicky deformuje povrch emitore. Schottkyho emitore pracující při 2073 K takovým deformacím povrchu poměrně úspěšně odolává, zvláště pokud je potažen epoxidovou vrstvou viz obr. 5.2. Na detailním snímku povrchu hrotu katody viz obr. 5.3 vidíme

na kovové části hrotu rýhy a vystupující adsorbované nečistoty, kontura epoxidové části je téměř ideálně hladká.



Obr. 5.2: Hrot Schottkyho katody po- Obr. 5.3: Detail povrchu na přechodu
tažený epoxidovou vrstvou. kov-epoxid.

Studenoemisní zdroj pracující při laboratorní teplotě není schopen takovým deformacím odolat, a proto je nezbytné emitor periodicky „vypálit“, aby se deformace a adsorbované molekuly odstranily. Proces vypalování vede k přerušení práce, k čemuž u Schottkyho emitru, který pracuje za podstatně vyšší teploty a u něhož tento proces probíhá průběžně a samovolně, nedochází. Pokaždé, kdy je studenoemisní zdroj vypalován bez přítomnosti elektrického pole, se poloměr emitru lehce zvětší a to vede k postupnému zhoršování kvality emitovaného svazku a posléze i ukončení životnosti emitru. Schottkyho katody jsou termálně stabilní, při vyšších teplotách se nezvětšují.

Požadavky na vakuum jsou pro Schottkyho emisi méně přísné než pro studenou emisi, čímž se snižují náklady na vybavení a jeho údržbu. Životnost Schottkyho emitru je ve srovnání s ostatními zdroji dlouhá, což vede ke snížení spotřeby času a nákladů potřebných na výměnu zdroje.

Z uvedeného srovnání vyplývá, že Schottkyho katody se nejvíce blíží požadavkům na ideální vlastnosti zdroje. To je důvod, proč stále více výrobců používá v mikroskopech a analytických systémech zdroje na bázi Schottkyho emise.

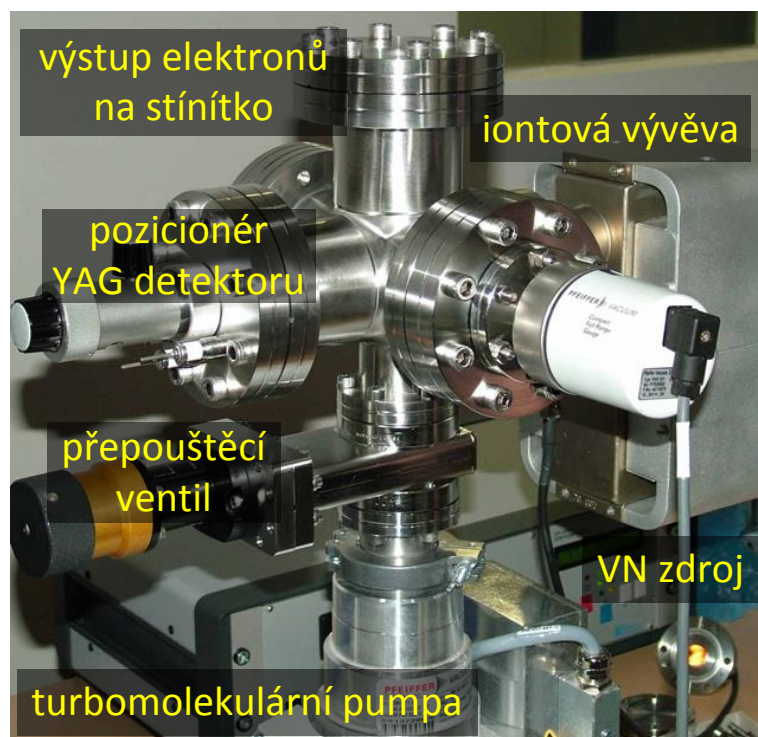
6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

6.1 Vakuová aparatura pro měření katod

Navržený a zkonstruovaný systém viz obr. 6.1 vycházející z blokového schématu v příloze A, slouží k testování emitovaných elektronů ze Shottkyho a studenoemisních katod.

Centrální částí je vakuová komora, v níž se vakuum vytváří ve třech stupních. Nejdříve pomocí hrubé rotační pumpy, dále turbomolekulární pumpy, která vytvoří vakuum v řádu 10^{-4} Pa, a nakonec iontovou vývěvou, která průběžně udržuje vakuum na hodnotě řádově 10^{-6} Pa a navíc na sebe váže nežádoucí ionty.

Uvnitř vakuové komory velikosti 70 mm je zabudován YAG (yttrium aluminium garnet) detektor, jehož úkolem je zachytávat volné elektrony a odstínit elektrony sekundárně odražené. Dalšími mechanickými částmi systému jsou izolovaný držák katody, držák stínítka s možností vysunutí mimo pracovní polohu a průzor pro optické sledování vzorku.

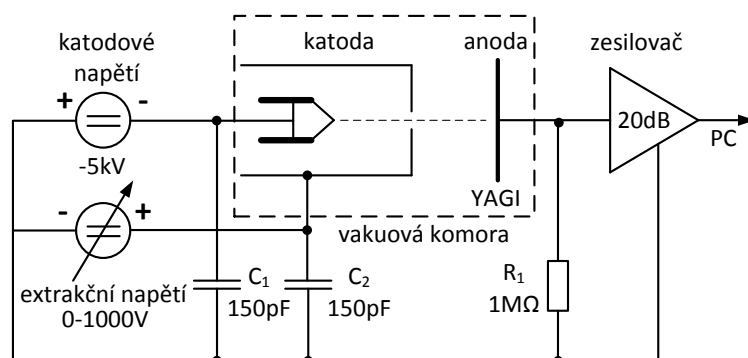


Obr. 6.1: Popis součástí vakuové aparatury.

Řídicí jednotka měří tlak v komoře, žhavicí proud katody a prostřednictvím zabudovaného vysokonapětového zdroje řídí extrakční a urychlovací napětí a provádí

zpětnou kontrolu jejich rozdílů. VN zdroj (IPS-056N) zároveň napájí již zmiňované pumpy a vývěvu. Jak je zřejmé ze schématu na obrázku 6.2, přes nízkošumový měřicí zesilovač AM-22 je zařízení propojeno s digitální měřicí kartou (A/D převodníkem), která zaznamenané hodnoty emisního proudu ukládá k dalšímu zpracovávání do počítače.

V samostatné 19" skříni Schroff je umístěn blok elektroniky napájení, samostatné nastavení indikace katodového a extrakčního napětí a blok nezávislého měření vakua ve vakuové komoře. Komunikaci s řídicí jednotkou zabezpečuje PC prostřednictvím USB 2.0 rozhraní.



Obr. 6.2: Schéma aparatury pro testování a měření katod.

Aparatura byla vytvořena a oživena ve spolupráci s prof. Ing. Arminem Delongem, DrSc., světově uznávaným významným českým odborníkem na elektronovou mikroskopii. Tato unikátní aparatura se v současnosti vyskytuje pouze v jednom exempláři a je využívána k výzkumu ve spolupráci s firmou Delong Instruments v Brně.

Softwarovou část měřicího systému tvoří řídicí algoritmus aplikace, waveletová transformace a vlastní procedury napsané v programu Matlab. Program umožňuje výpočet výkonového spektra prostřednictvím metody kaskádně strukturovaných filtrů, označovaných jako banka filtrů. Výstupem jsou tedy charakteristiky ve frekvenční oblasti, které se dále používají pro nedestruktivní analýzu katod, za pomoci metody založené na bázi šumové diagnostiky. Cílem je využití šumové spektroskopie jako nástroje pro předpověď životnosti a spolehlivosti studenoemisních a Shottkyho katod.

6.2 Výroba studenoemisních katod

Experimentální výroba katodových hrotů v laboratorních podmínkách se provádí na aparatuře sestavené dle schématu na obrázku 3.8 v kapitole 3.5.1, jejíž mechanickou část vidíme na obrázku 6.3. Krokový motorek pro mikroposuv je schopen provést 427 kroků na 1 mm vertikálního posuvu. Řízení procesu je realizováno prostřednictvím počítače, který komunikuje s řídicí jednotkou mikroposuvu přes sběrnici USB, s napájecím zdrojem (Agilent E3631A) a měřicími přístroji (Agilent 34410A) přes sběrnici GPIB (Agilent 82357A).

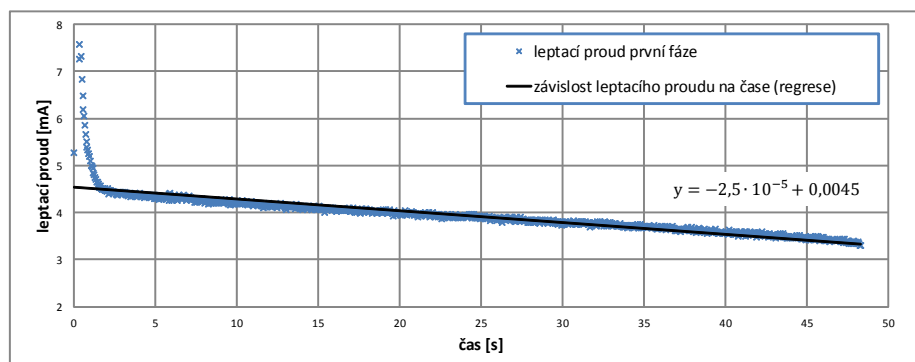


Obr. 6.3: Aparatura pro elektrochemické leptání hrotů.

Program pro řízení procesu leptání je napsaný v programu Matlab. Má dva základní režimy, ruční režim umožňuje nastavení podmínek při experimentální činnosti, automatický režim je určen pro potřeby automatické výroby katod, nicméně i tento automatický režim je na základě pokračujících experimentů průběžně aktualizován a optimalizován.

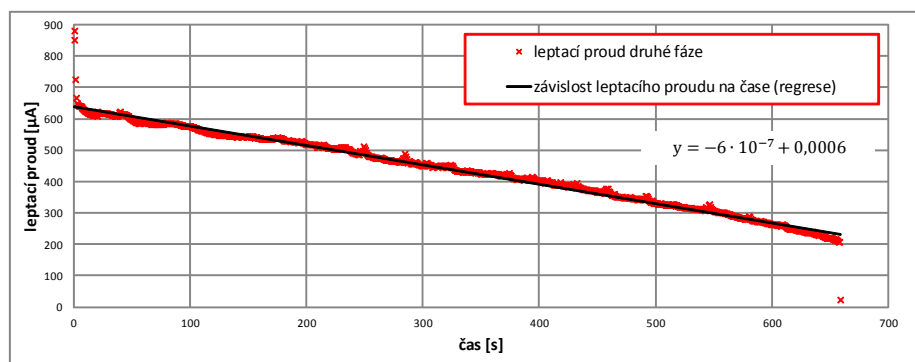
6.2.1 Výroba katod - část 1

Provedl jsem experimentální přípravu 2 katod stejným postupem, jak je uvedeno v teoretické části v kapitole 3.5. Tloušťka použitého wolframového drátku (čistoty 99,95 %) byla 0,4 mm. Použitý elektrolyt NaOH v koncentracích 5 % a 20 %. Nejdříve jsem provedl třikrát za sebou elektrolytické čištění drátku ve slabém roztoku NaOH střídavým proudem. V první leptací fázi v silném roztoku NaOH bylo použito napětí 6,9 V. Grafický výstup průběhu leptacího proudu první fáze je na obr. 6.4.



Obr. 6.4: Průběh leptacího proudu první fáze.

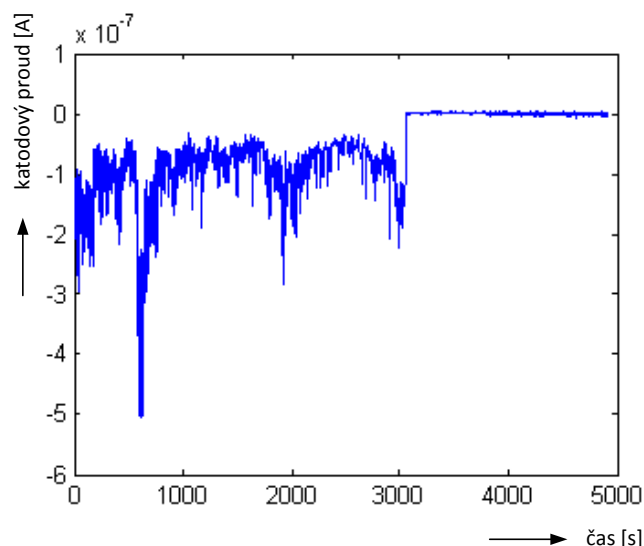
K částečnému odleptání došlo v čase 48 s při prahové hodnotě leptacího proudu 3,3 mA, kdy skončila první fáze leptání. Druhá fáze odleptání hrotu probíhala ve slabším elektrolytu. Hloubka zanoření částečně odleptaného drátku na počátku druhé fáze byla 1,064 mm. Grafický výstup průběhu leptacího proudu druhé fáze je na obr. 6.5.



Obr. 6.5: Průběh leptacího proudu druhé fáze.

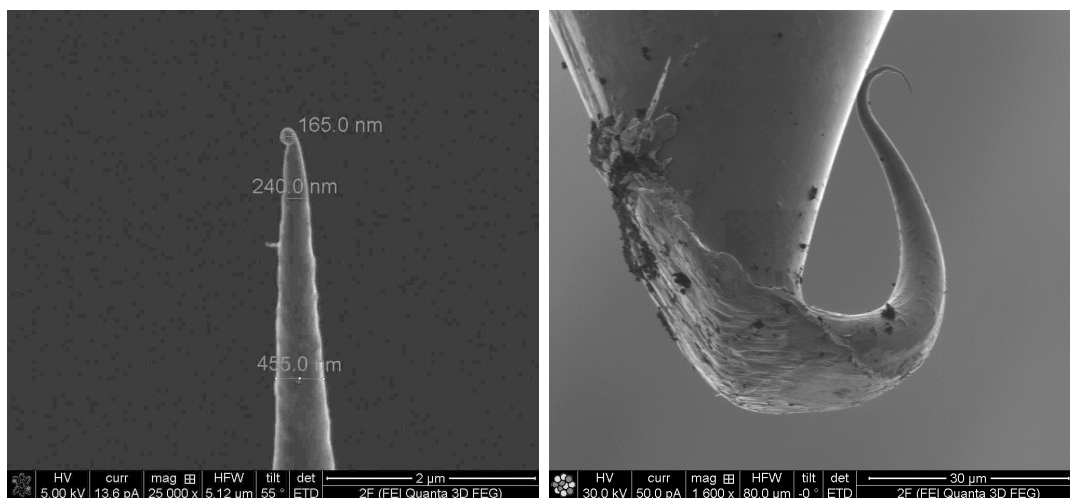
K ukončení procesu došlo odpadnutím spodní části drátku po 11 minutách při prahové hodnotě leptacího proudu 30 µA.

Vyrobenou katodu jsem podrobil funkčnímu testu ve vakuové komoře aparatury. Jak vyplývá z grafu na obrázku 6.6, na počátku testu byla katoda plně funkční po dobu asi 3000 s, poté došlo k lokálnímu přehřátí a deformaci hrotu vlivem napěťové extrakce viz obr. 6.7 a katoda přestala emitovat.



Obr. 6.6: Grafická závislost katodového proudu na čase.

Na obrázku 6.8 vidíme velmi tenký hrot druhé experimentálně vyrobené katody. Rozměry hrotu se blíží ideální velikosti 10 nm, hrot je však zdeformovaný pádem na zem při manipulaci. Testování tedy nebylo možno provést.



Obr. 6.7: Deformace hrotu napěťovou extrakcí. Obr. 6.8: Snímek deformovaného hrotu po pádu na zem.

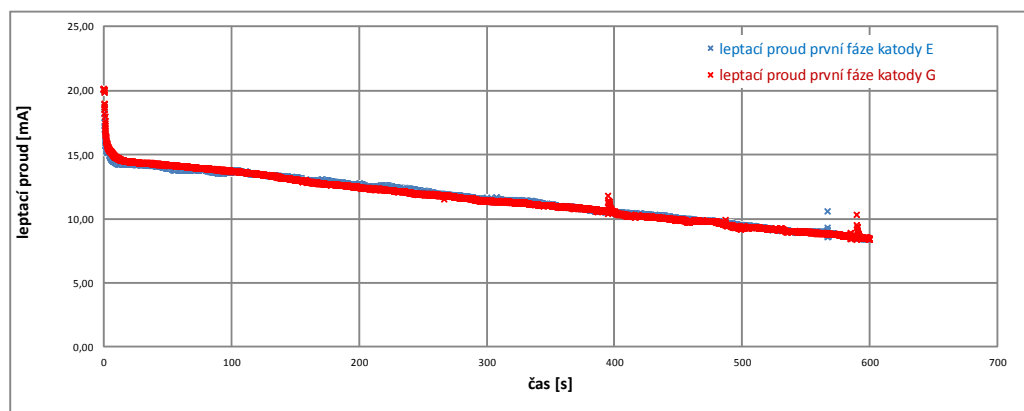
Snímky pořízeny na SEM mikroskopu firmy FEI.

6.2.2 Výroba katod - část 2

V dalším průběhu experimentu jsem vyrobil 8 katodových hrotů s pracovním označením A až H. Byl použit stejný postup jako v první části, ale byly prováděny určité změny chemických podmínek leptání. Cílem bylo zjistit, zda případné změny mohou vést ke zjednodušení a optimalizaci celého procesu.

Tloušťka použitého wolframového drátku (čistoty 99,95 %) byla 0,4 mm. Proces elektrolytického čištění drátku střídavým proudem v roztoku NaOH byl prováděn jedenkrát. Koncentrace použitého elektrolytu NaOH byla po několika pokusech sjednocena na 8 % pro obě fáze. Použité napětí bylo shodné 6,9 V.

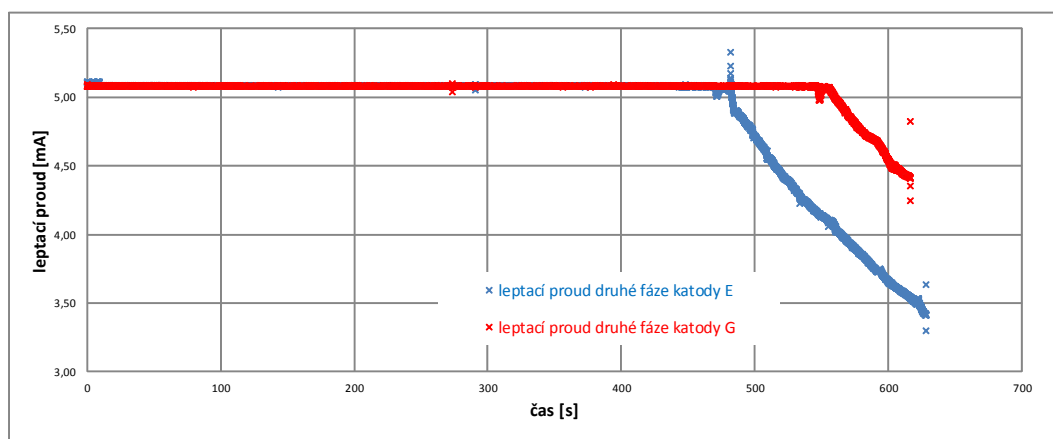
V grafickém výstupu na obrázku 6.9 vidíme srovnání průběhů první leptací fáze u katod E a G, ze kterých je zřejmé, že se obě křivky překrývají, protože hodnota leptacího proudu i čas ukončení první fáze jsou totožné. Doba leptání se prodloužila na 10 minut. Grafické výstupy ostatních katod jsou stejné.



Obr. 6.9: Průběh leptacího proudu první fáze katod E a G.

Celková doba druhé fáze se při změně koncentrace elektrolytu nijak zásadně neměnila a pohybovala se mezi 10 až 11 minutami. Grafické výstupy průběhů leptacích proudů druhé fáze se u jednotlivých katod poněkud lišily, zejména dobou odpadnutí spodní části drátku. Na srovnávacím grafu 6.10 průběhů druhé fáze u katod E a G vidíme, že při stejných hodnotách leptacího proudu došlo k ukončení procesu u katody E v čase 628 s při prahové hodnotě proudu 3,29 mA a u katody G v čase 618 s při prahové hodnotě proudu 4,35 mA.

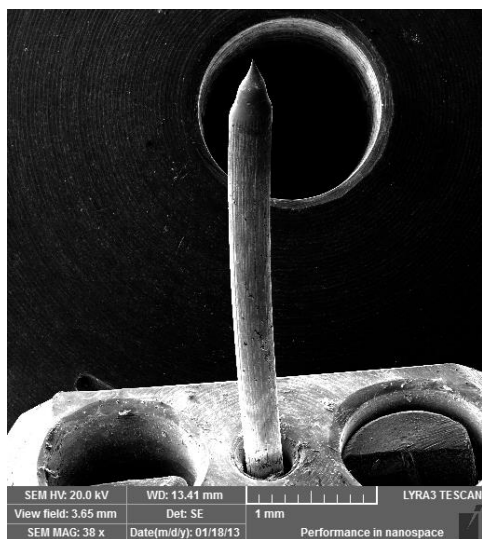
Ve druhé části experimentu jsem ověřil, že lze použít elektrolyt o stejné koncentraci pro obě leptací fáze. Negativním dopadem je téměř desetinásobné prodloužení první leptací fáze, pozitivní je časová úspora při výměně nádoby s elektrolytem, odpadá proces neutralizace, čímž se významně redukuje i riziko poškození budoucí katody.



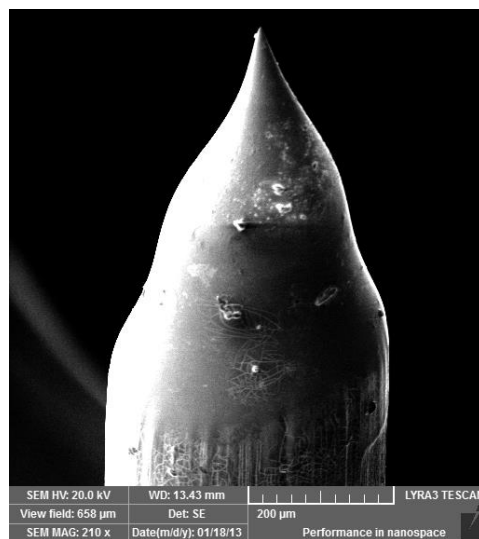
Obr. 6.10: Průběh leptacího proudu druhé fáze katod E a G.

6.3 Vizuální kontrola hrotů

Vizuální kontrolu odleptaných katodových hrotů jsem prováděl na skenovacím elektronovém mikroskopu LYRA3 XMU, který byl na Ústav fyziky pořízen v rámci projektu SIX, a s jehož obsluhou jsem se seznámil a zhotovil sérii obrázků 6.11 - 6.22. Cílem vizuální kontroly bylo zhodnocení geometrického tvaru odleptaného hrotu, velikosti emisní plochy a povrchových defektů. U vadných kusů jsem provedl vyhodnocení možných příčin závad, aby bylo možno se jich v praktické výrobě vyvarovat.

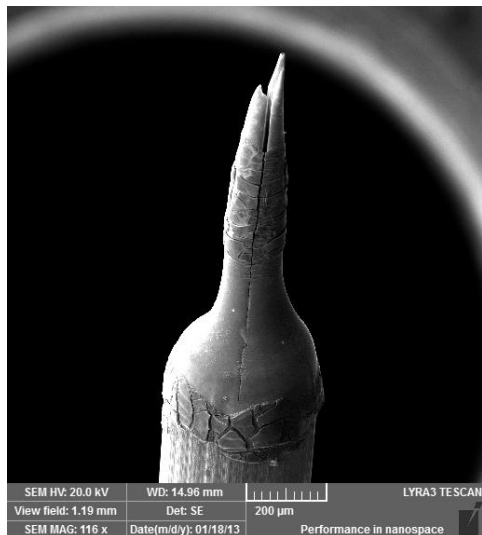


Obr. 6.11: Hrot katody B v držáku.



Obr. 6.12: Detail hrotu těžé katody.

Na obrázku 6.11 vidíme katodu ve speciálním držáku, do kterého je wolframový drátek upevněn před započetím elektrochemického leptání, zůstává zde po celou dobu a umožňuje snadnou manipulaci a snižuje riziko poškození hrotu. Na obr. 6.12 vidíme hrot téže katody s nevyhovujícím geometrickým tvarem, povrchovými nerovnostmi a příliš velkým průměrem hrotu (20 μm).

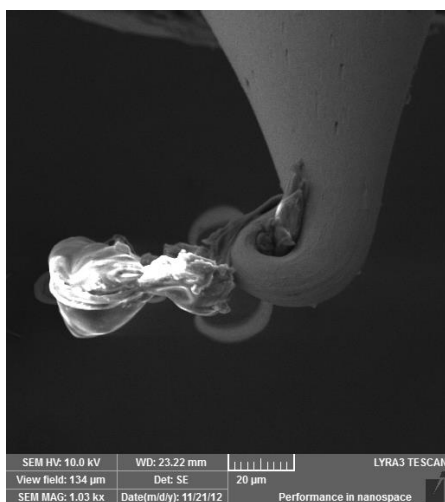


Obr. 6.13: Hrot katody F.



Obr. 6.14: Detail rozštěpeného hrotu.

Na obrázku 6.13 vidíme rozdvojený hrot nefunkční katody F. Původní domněnku, že se hrot rozlomil, vyvrací detail na obrázku 6.14, který svědčí o tom, že drátek byl špatně odštířen, uvnitř vznikla dutinka, ve které též došlo k leptání.



Obr. 6.15: Katoda C zničená výbojem.

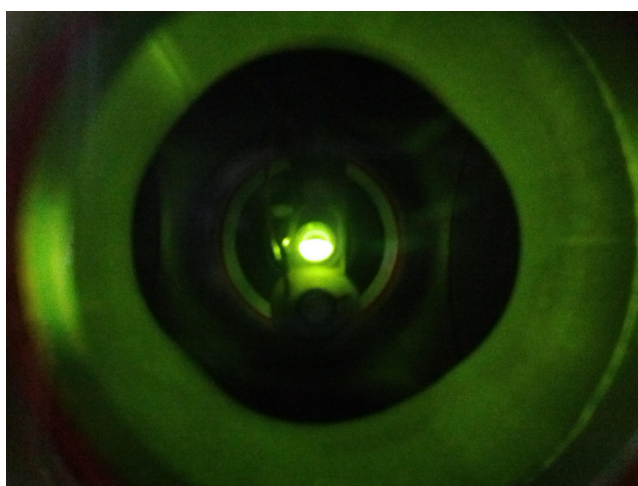
Na obrázku 6.15 je patrná deformace hrotu katody C s napálenými nečistotami. Ke zničení hrotu došlo ve vakuové aparatuře. Do okamžiku zničení katoda emitovala. Možné příčiny deformace jsou lokální přehřátí vlivem napěťové extrakce, zpětný výboj při nízké kvalitě vakua.

Stručný souhrn výsledků vizuální kontroly, časového průběhu druhé leptací fáze a funkčnosti katod je v tabulce 6.1.

Tab. 6.1: Přehledová tabulka vlastností vyrobených katod A až H.

katoda	tvar hrotu	čas ukončení 2. fáze	funkčnost	poznámka
A	dobrý	623 s	funkční	zničená výbojem
B	neuspokojivý	602 s	nefunkční	-
C	velmi dobrý	611 s	funkční	zničená výbojem
D	dobrý	635 s	funkční	-
E	velmi dobrý	628 s	funkční	-
F	rozštěpený	< 600 s	nefunkční	-
G	velmi dobrý	618 s	funkční	potažená epoxidem
H	velmi dobrý	625 s	funkční	potažená epoxidem

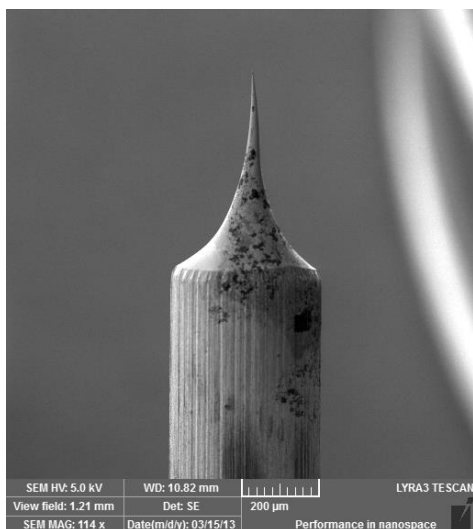
Důkazem funkčnosti katody testováním ve vakuové aparatuře je jednak grafický záznam průběhu její emisní schopnosti viz obr. 6.7 v první části experimentu a zobrazení na stínítku viz obr. 6.16, kde je možno posoudit jas a tvar emitovaného svazku.



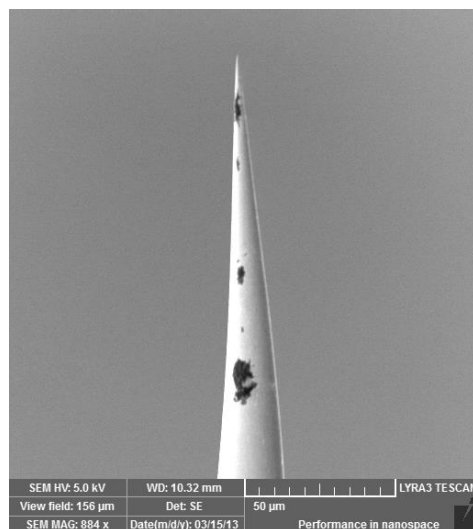
Obr. 6.16: Zobrazení emitovaného svazku na stínítku vakuové aparatury.

6.3.1 Hrot katody bez povrchové úpravy

Po odleptání hrotu nebyla prováděna žádná povrchová úprava, pouze neutralizace destilovanou vodou. Na obrázku 6.17 vidíme geometricky pěkný tvar hrotu katody E, jehož povrch se zdá být oproti rýhám na povrchu neodleptané části, dokonale hladký. V detailu na obrázku 6.18 již zřetelně vidíme tmavé nečistoty ulpívající na povrchu hrotu katody.

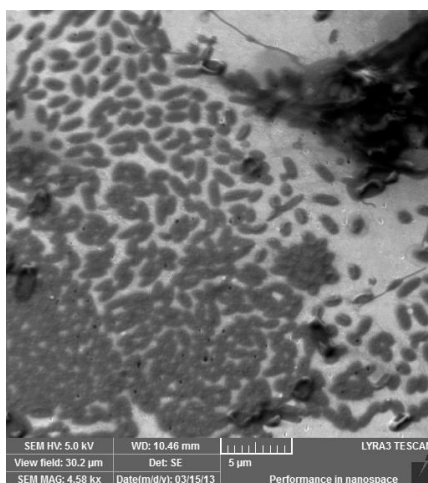


Obr. 6.17: Hrot katody E.



Obr. 6.18: Detail hrotu s nečistotami.

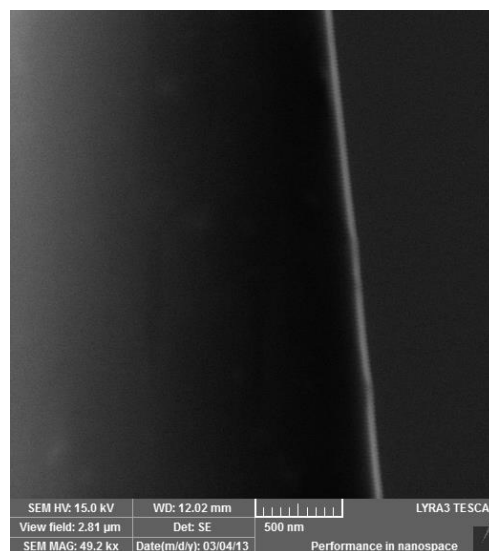
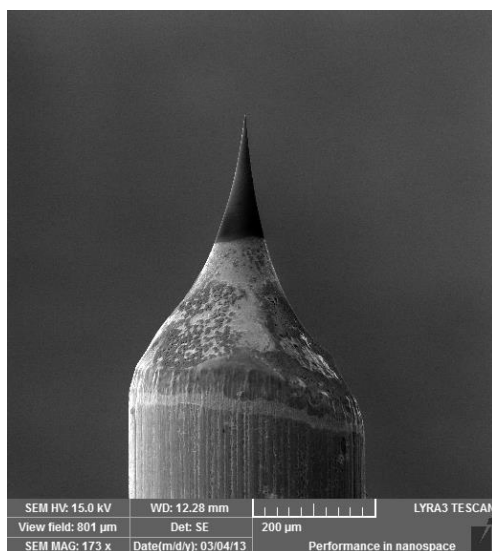
Při zvětšení $4580\times$ vidíme na obrázku 6.19 detail povrchu katody bez povrchové úpravy, který se jeví jako světlé a středně tmavé skvrny, v pravém horním rohu je viditelná tmavá nečistota.



Obr. 6.19: Detailní snímek povrchu katody E.

6.3.2 Hrot katody s povrchovou úpravou epoxidem

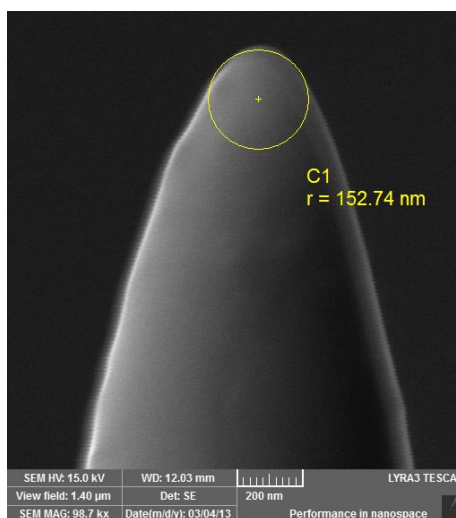
V zájmu prodloužení životnosti a dlouhodobé stability emisního zdroje se výzkum ubíral cestou povrchové ochrany hrotu. Jedním z vhodných materiálů je například epoxidová pryskyřice. Použil jsem chemickou látku na bázi diglycerid etheru bisphe-nolu (DGEBA) [16]. Po odleptání se hrot katody namočí v pryskyřici a vloží se do vytvrzovací pece. Proces vytvrzování trvá přibližně 2,5 hodiny, v první fázi probíhá zhruba 60 minut odpařování rozpouštědla při teplotě 100 °C a ve zbývajícím čase probíhá vytvrzování za teploty 180 °C. Proces potahování povrchu emisních hrotů tepelně vytvrzovanou epoxidovou pryskyřicí viz obr. 6.20 se jeví jako velmi nadějný, s tím, že významně neovlivňuje náklady na výrobu.



Obr. 6.20: Katoda H potažená epoxi- Obr. 6.21: Detailní snímek epoxido-
dem. věho povrchu katody G.

Jak již bylo uvedeno v kapitole 5.3 povrch takového hrotu je hladký, daleko odolnější proti zpětným výbojům a množství napálených nečistot u katod, které byly podrobeny emisnímu testu, je minimální viz obr. 6.21.

Hodnocení tvaru, velikosti emisní plochy a poloměru zakřivení hrotu v oblasti emisní plochy je nutno provádět při velkém zvětšení. Na obrázku 6.22 je vidět katoda s ideálním poloměrem hrotu přibližně 0,15 μm - hodnota získána nepřímou metodou prostřednictvím programu, který je součástí mikroskopu.



Obr. 6.22: Poloměr zakřivení hrotu katody G, při zvětšení $100\,000\times$.

6.4 Výsledky praktické a experimentální části

Ze srovnání charakteristik dosud známých emisních zdrojů s ideálním emisním zdrojem vykazuje nejlepší výsledky Schottkyho katoda. Jedná se o emisní zdroj s vysokým jasnem a nejdelší životností, bez provozních výpadků a servisních zásahů nutných u jiných zdrojů včetně studenoemisních (např. vypalování).

Dílní experiment potvrdil, že je možno vyrobit katodové hroty, které mají parametry studenoemisních a Schottkyho katod. Experimentem jsem ověřil, že proces leptání lze optimalizovat použitím jednotné koncentrace roztoku elektrolytu, v důsledku čeho se sice prodlouží časový průběh leptání první fáze, ale odpadá nutnost přípravy dvojí koncentrace elektrolytu, výměny elektrolytu a neutralizace koncentrovaného elektrolytu destilovanou vodou. Eliminací těchto mechanických postupů se snižuje riziko mechanického poškození hrotu, které může vést ke zničení nebo nevhodnému vytvarování hrotu stejně jako nejkritičtější krok celého procesu, a to znovuzanoření částečně odleptaného drátku do elektrolytu a udržení kolmosti drátku vůči hladině.

Geometrický tvar hrotu se při zjednodušeném procesu zásadně nemění, což potvrdila vizuální kontrola odleptaných hrotů. Významné prodloužení životnosti katod přináší povrchová úprava emisního hrotu epoxidovou pryskyřicí. Emisní schopnosti katod jsem ověřil funkčními testy ve vakuové komoře. Vyhodnotil jsem i možné příčiny závad, kterých je nutno se vyvarovat v sériové výrobě.

7 ZÁVĚR

Tato diplomová práce se v prvních dvou kapitolách věnuje teoretickým základům tunelového jevu a emise elektronů do vakua v závislosti na podmiňujících parametrech.

Třetí část shrnuje jednak poznatky o jednotlivých typech emisí - tedy, termoemisi, autoemisi, termoautoemisi a v současné době velmi perspektivní Schottkyho emisi - a dále shrnuje i poznatky o principech, konstrukci a funkci emisních zdrojů, fokusačních systémů a filtrů. Závěr kapitoly seznamuje s teoretickým základem výroby autoemisních katod metodou elektrochemického leptání, která je jednou ze součástí mé experimentální práce.

Čtvrtá část pojednává o praktických aplikacích tunelového jevu a emise elektronů do vakua se zřetelem na jejich použití ve vybraných typech elektronových mikroskopů. Přináší přehled nejen o konstrukci, funkci a využití transmisních, skenovacích a rastrovacích tunelových elektronových mikroskopů, ale i o problematice vad a kvality zobrazení vzorků a biologických preparátů, pro které je charakteristická velmi nízká energie skenujících elektronů a krátká doba jejich aplikace.

Pátá, praktická část se zabývá srovnáním charakteristik emisních zdrojů s ideálním emisním zdrojem. Nejlepší výsledky vykazuje Schottkyho katoda, která se jeví jako poměrně levný emisní zdroj s vysokým jasnem a nejdelší životností, bez provozních výpadků a servisních zásahů nutných u jiných zdrojů. Schottkyho katody mají velmi široké praktické uplatnění a dobrý poměr kvalita versus cena.

Testování funkčnosti a životnosti těchto katod jsem prováděl ve vakuové komoře aparatury, která je jakýmsi simulátorem prostředí emisní sekce elektronového mikroskopu. Pro aparaturu je charakteristické dlouhodobé dodržení konstantního vakua asi 10^{-6} Pa pomocí třístupňového čerpání, které zabezpečují rotační, turbomolekulární a iontová pumpa. Funkční ustanovení katody je zobrazováno pomocí YAG detektoru, přeměňujícího dopadající elektrony na fotony s vlnovou délkou ve viditelné oblasti spektra, a navíc umožňujícího měřit časový průběh emitovaných elektronů.

Experimentální šestá část vychází z požadavku na zdokonalování výroby katodových hrotů elektrochemickým leptáním (drop off). Stanovil jsem vhodné časové průběhy leptacího proudu v navrženém dvoufázovém procesu tak, aby bylo dosaženo poloměru hrotu menšího než 100 nm.

Experimentem jsem ověřil, že proces leptání lze optimalizovat použitím jednotné koncentrace roztoku elektrolytu, čímž se sice prodlouží první fáze odleptávání, ale odpadá nutnost přípravy dvojí koncentrace elektrolytu a neutralizace. Tím se snižuje riziko mechanického poškození hrotu. Tvar hrotu se při zjednodušeném procesu zásadně nemění, vizuální kontrola odleptaných hrotů na submikronové úrovni před testováním a po něm proběhla na skenovacím elektronovém mikroskopu LYRA

3 XMU od firmy TESCAN. Emisní schopnosti jsem ověřil funkčními testy ve vakuové komoře. Významné prodloužení životnosti katod přináší povrchová úprava epoxidovou pryskyřicí. Vyhodnotil jsem i možné příčiny závad, kterých je nutno se vyvarovat v sériové výrobě. Cíle experimentu jsem splnil, zvláště zjednodušený postup elektrochemického leptání lze využít pro sériovou výrobu. Získané výsledky slouží nejen k posouzení vlastností, kvality a funkceschopnosti experimentálních katod, ale vybrané parametry by se mohly stát indikačním kritériem pro posuzování jakosti a životnosti katod průmyslově vyráběných.

LITERATURA

- [1] ANDREEV, A. *Radiation detectors noise spectrometry*. Disertační práce VUT Brno, 2008. 110 s.
- [2] DELONG, A.; KOLAŘÍK, V. *Field emission gun for microengineering application*. Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1989-08-01. 22 s, iss. 8, p. 612-614. ISSN 0022-3735.
- [3] ECKERTOVÁ, L.; FRANK, L. *Metody analýzy povrchů: elektronová mikroskopie a difrakce*. 1. vyd. Praha: Academia, 1996. 379 s. ISBN 80-200-0329-0.
- [4] FLÜGGE, S. *Encyklopedia of physics*. Berlin: Springer-Verlag, 1956. 21 s.
- [5] GOMER, R. *Field Emission and Field Ionization*. Harvard University Press, 1961, 47 s. Reprinted in 1993 (American Vacuum Society Classic Series, Number 1-56396-124-5)
- [6] GLAUERT, A. M.; *Electron microscopy 1972: Proceedings of the Fifth European Congress on Electron Microscopy*, University of Manchester, 5-12 September 1972. London: Institute of Physics, 1972, 683 s., ISBN 08-549-8104-7.
- [7] GRMELA, L.; KNÁPEK, A. *Technologie výroby studenoemisních katod na bázi wolframu s tenkou povrchovou vrstvou epoxidu*. Brno: FEKT VUT, příspěvek je součástí grantu GA Č P102/11/0995.
- [8] GRMELA, L.; KNÁPEK, A.; KRČÁL, O. *Schottky Nano-Tip Cathodes Fabrication and Diagnostics*. Z časopisu Electroscope [online]. poslední aktualizace 25. 4. 2010 [cit. 23. 11. 2012]. Dostupné z URL:<http://147.228.94.30/images/PDF/Rocnik2010/Cislo1_2010/r4c1c1.pdf>, ISSN 1802-4564.
- [9] HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. *FYZIKA – vysokoškolská učebnice obecné fyziky*. 5. vyd. Brno: Vutium, 1997. 1254 s. ISBN 80-214-1869-9.
- [10] JANDOŠ, F.; ŘÍMAN, R. *Využití moderních laboratorních metod v metalografii*. 1.vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985. 384 s.
- [11] Katodová trubice *Crookes maltese tube – picture* [online]. poslední aktualizace 12. 11. 2008 [cit. 27. 11. 2012]. Dostupné z URL:<<http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Crookes-maltese-tube.jpg>>.
- [12] KNÁPEK, A. *Methods of Preparation and Characterisation of Experimental Field - Emission Cathodes: doctoral thesis*. Brno: University of Technology, Faculty of Electrical Engineering and Communication, Department of Physics, 2013. 100 s.

- [13] KUŠNIR, J. M. *Elektronový mikroskop: okno do neznáma*. 1. vyd. Praha: Naše vojsko, 1951, 71 s.
- [14] NEBESÁŘOVÁ, J. *Elektronová mikroskopie pro biology* [online]. poslední aktualizace 13. 1. 2002 [cit. 28. 4. 2013]. Dostupné z URL:<<http://www.paru.cas.cz/lem/book/>>.
- [15] ORAL, M. *Určení přesných trajektorií nabitých částic a vad soustav v částicové optice* [online]. poslední aktualizace 16.10.2009 [cit. 12.11.2012]. Dostupné z URL:<http://is.muni.cz/th/21134/prif_d/Dizertace-Martin_Oral.pdf>.
- [16] RAUTER, W.; DICKINGER G.; ZIHLARZ R.; LINTSCHINGER J. *Determination of Bisphenol A diglycidyl ether (BADGE) and its hydrolysis products in canned oily foods from the Austrian market* Z. Lebensm. Unters. Forsch., iss. 3, s. 208-211. ISSN 1431-4649.
- [17] REICHL, J.; VŠETIČKA, M. *Tunelový jev* [online]. poslední aktualizace 5.10.2008 [cit. 22. 2. 2013]. Dostupné z URL:<<http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/738-tunelovy-jev.html>>.
- [18] ZELINKA, J. *Studium vlastností plošné Schottkyho katody* [online]. poslední aktualizace 3. 7. 2009 [cit. 20. 11. 2012]. Dostupné z URL:<http://is.muni.cz/th/211075/prif_b/bakalarka_konecnystav.pdf>.

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

A	materiálová konstanta
\AA	Ångström (10^{-10} m)
B_z	indukce pole v paraxiální oblasti
c	rychlost světla ve vakuu
CFE	autoemise – cold-field emission
DGEBA	diglycerid ether bisphenol
e	elektron
E	intenzita pole
E_b	energie potenciálové bariéry
E_c	energie částice
E_f	energie fotonu
E_F	Fermiho energie
E_k	kinetická energie elektronu
EM	elektronový mikroskop
ΔE	střední šířka Maxwellova rozdělení energií
E_z	osová komponenta v paraxiální oblasti
f, f_i	ohnisková vzdálenost
f_r	frekvence
h	Planckova konstanta
\hbar	redukovaná Planckova konstanta
I	elektrický proud
J	proudová hustota
j_F	hustota termoemisního proudu
j_T	hustota autoemisního proudu

j_{TF}	hustota termoautoemisního proudu
j_{TS}	hustota termoemisního proudu za přítomnosti el. pole
j_S	hustota proudu Schottkyho emise
k	Boltzmannova konstanta
LaB_6	hexaborit lanthanu
n	index lomu
p	hybnost fotonu
NaOH	hydroxid sodný
S	emitující plocha
SEM	skenovací elektronový mikroskop
SFE	Schottkyho emise – Schottky-field emission
OM	optický mikroskop
T	teplota
T_b	koefficient průchodu
TEM	transmisní elektronový mikroskop
T–F	termoautoemise
TFE	termoemise – thermionic-field emission
v_r	radiální rychlost
v_φ	azimutální složka rychlosti
W	wolfram
YAG	yttrium aluminium garnet
ZrO_2	oxid zirkoničitý
α	aperturní úhel
β	směrová proudová hustota
δ	úhel optické osy

ϕ	poloviční vstupní úhel
φ	výstupní práce
λ	vlnová délka
ρ_e	hustota elektrolytu
ρ_w	hustota wolframu
σ	pevnost v tahu
ω	proud do jednotkového prostorového úhlu

SEZNAM PŘÍLOH

A Blokové schéma vakuové aparatury

69

A BLOKOVÉ SCHÉMA VAKUOVÉ APARATURY

